

Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen zur Gitterplatzbesetzung von Dotanden in Siliziumkarbid

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen Fakultät der
Friedrich-Schiller-Universität Jena

von Diplom-Physiker Thomas Kups
geboren am 31. Oktober 1976 in Zerbst

Gutachter:

1. Prof. Dr. Wolfgang Richter (Friedrich Schiller-Universität Jena)
2. Prof. Dr. Ute Kaiser (Universität Ulm)
3. Prof. Dr. Wolfgang Jäger (Christian Albrechts-Universität Kiel)

Tag der letzten Rigorossprüfung: 11.04.2006

Tag der öffentlichen Verteidigung: 04.05.2006

Inhaltsverzeichnis

1. EINLEITUNG UND MOTIVATION.....	3
2. GRUNDLAGEN UND STAND DER FORSCHUNG	6
2.1. Siliziumkarbid (SiC).....	6
2.1.1. Struktur des Halbleiters SiC.....	6
2.1.2. p- und n-Dotierung von SiC.....	8
2.2. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	10
2.2.1. Interaktion von Elektronen mit Materie im TEM	10
2.2.2. Aufbau und Funktionsweise des TEM.....	12
2.3. Konvergente Elektronenbeugung (CBED).....	15
2.3.1. Allgemeines und Anwendung.....	15
2.3.2. Die Linienentstehung	16
2.3.3. Einfluss von Gitterkonstanten bzw. Beschleunigungsspannung auf Linienposition	18
2.3.4. Energiegefilterte CBED	21
2.4. Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)	22
2.4.1. Allgemeines	22
2.4.2. ALCHEMI	23
2.4.3. Anwendung der ALCHEMI.....	25
2.5. Simulationen	25
2.5.1. Allgemeines	25
2.5.2. Kinematische Simulation von Beugungsbildern.....	26
2.5.3. Molekulardynamische Simulation (MD) von relaxierten Modellen	26
2.5.4. Dynamische Simulation von Beugungsbildern.....	28
2.5.4.1. Blochwellen-Algorithmus.....	28
2.5.4.2. Einfluss der dynamischen Wechselwirkung auf die Position von HOLZ-Linien.....	31
2.5.4.3. Multislice-Algorithmus.....	33
2.6. Verfahren zur Gitterkonstantenbestimmung	35
3. VERWENDETE EXPERIMENTELLE METHODEN UND TECHNIKEN	37
3.1. Probenherstellung und -spezifikationen.....	37
3.2. TEM-Probenpräparation	38
3.3. TEM-Experimente.....	39
3.3.1. ALCHEMI	40
3.3.2. CBED	42
3.4. Simulationen	43
3.4.1. ALCHEMI	43
3.4.2. Molekulardynamische Simulation (MD)	43
3.4.3. Multislice-Simulation für CBED	43
3.4.4. Blochwellensimulation für CBED	44

4. ERGEBNISSE	45
4.1. Methodik der Auswertung.....	45
4.1.1. Peakfittung und Peakhöhenbestimmung	45
4.1.2. Auswertung von CBED-Mustern	46
4.1.2.1. Bildbearbeitung	46
4.1.2.2. Houghtransformation	47
4.1.2.3. CBED Auswertung	48
4.1.3. Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung	50
4.1.3.1. Geometrischer Fehler	50
4.1.3.2. Statistischer Fehler	51
4.2. Dotierung im SiC	52
4.2.1. p-Dotierung mit Aluminium	52
4.2.1.1. TEM-Untersuchungen	52
4.2.1.2. ALCHEMI-Resultate	54
4.2.1.3. CBED-Resultate	55
4.2.2. n-Dotierung mit Phosphor	58
4.2.2.1. TEM-Untersuchungen	58
4.2.2.2. ALCHEMI-Resultate	58
4.2.2.3. CBED-Resultate	60
4.2.3. Isovalente Dotierung mit Germanium	61
4.2.3.1. TEM- und EDX-Untersuchungen	61
4.2.3.2. ALCHEMI-Resultate	63
4.2.3.3. CBED-Resultate	63
4.3. Zusammenfassung der experimentellen Ergebnisse	65
5. DISKUSSION DER ERGEBNISSE	67
5.1. Modelle	67
5.2. Simulationsparameter	69
5.3. Ergebnisse der Simulationen	70
5.3.1. Resultate Modell 1	71
5.3.2. Resultate Modell 2	73
5.3.3. Ergebnisse der Gitterkonstantenänderung	76
6. ZUSAMMENFASSUNG UND SCHLUSSFOLGERUNGEN	77
7. LITERATURVERZEICHNIS	79
8. ANHANG	89
8.1. Symbol- und Abkürzungsverzeichnis	89
8.2. Liste der eigenen Veröffentlichungen	90
8.3. Tabellarischer Lebenslauf	92
8.4. Ehrenwörtliche Erklärung	93
8.5. Danksagung	95

1. Einleitung und Motivation

Kaum eine andere Technologie hat die Gesellschaft in den letzten 40 Jahren so sehr verändert wie die Mikroelektronik. Durch die kontinuierliche Weiterentwicklung (kompakter, schneller, preiswerter) sind z.B. Computer im Alltag einsetzbar und für jedermann zugänglich gemacht worden. Das Spektrum der Produkte der Mikroelektronik besteht dabei unter anderem aus Mikroprozessor und Controllern, analoge Schaltungen und Bauelementen der Optoelektronik, die zum größten Teil mit Siliziumtechnologie hergestellt werden [Zha02].

Der Nachteil der Siliziumtechnologie ist, dass durch die geringe Bandlücke von 1,11 eV die Bauelemente nur bis etwa 200°C halbleitend sind. Für höhere Temperaturen können Elektronen des Valenzbandes aufgrund der zugeführten thermischen Energie in das Leitungsband wechseln. Für diesen Fall ist wegen der höheren Bandlücke unter anderem Siliziumkarbid (SiC) verwendbar. Ein weiterer Vorteil der auf SiC basierender Halbleitertechnologie ist die weitgehende Kompatibilität mit der Siliziumtechnologie.

Die elektrischen Eigenschaften eines Halbleitermaterials können gezielt durch den Eintrag von Verunreinigungen verändert werden. Das Dotieren besteht darin, in einem Halbleiter gezielt Atome anderer Hauptgruppen zusätzlich in den Kristall einzubringen oder einen kleinen Bruchteil seiner Atome im Kristallgitter zu ersetzen. Der Eintrag von Fremdatomen in den Kristall wird zumeist durch Diffusion erreicht. Bei Substratmaterialien mit sehr geringen Diffusionskonstanten wie Siliziumkarbid und Aluminiumnitrid (AlN) müssen andere Methoden wie z.B. die Ionenimplantation angewendet werden. Von den eingebrachten Fremdatomen tragen nur die Atome zur elektrischen Leitung bei, die „aktiv“ sind, d.h. die auf Gitterplätzen sitzen und Elektronen ins Leitungsband abgeben können bzw. abgegeben haben. Dafür ist die Kenntnis der genauen Position der Fremdatome in der Substratmatrix von entscheidender Bedeutung. Die Lage von Atomen einerseits nach der Implantation sowie andererseits nach einer anschließenden Temperung ist dabei sowohl vom eingebrachten Fremdatom als auch vom verwendeten Substratmaterial abhängig.

Eine geringe Konzentration von Dotanden wird für die Herstellung von MOSFETs (metal oxide semiconductor field effect transistors) oder CCDs (charge couples devices) [Lar94, She96] benötigt. Für ohmsche Kontakte, Schichten mit geringen Widerständen oder Emitter- und Kollektor-Gebieten von Transistoren werden dagegen hohe Dotierungskonzentrationen verwendet [Hee00, Sak00, Sak01].

Für Aluminium (Al) bzw. Stickstoff (N) in SiC ist nach der Temperung experimentell bewiesen, dass diese sich auf einem Si- bzw. C- Platz befinden, wohingegen für Phosphor (P) und

Bor (B) die Platzbesetzung (Si-, C- oder Zwischengitterplatz) noch weitgehend offen ist [Mat05, Sch00, Bra00].

Insbesondere besteht für die Analysemethoden, die empfindlich für die elektronische Struktur von Fremdatomen im SiC sind, wie die tiefe Störstellenspektroskopie, Positronen-Anihilationsspektroskopie und paramagnetische Elektronen-Resonanz die Schwierigkeit, dass sie keinen direkten Einblick in die Defektgeometrie erlauben. Sie benötigen deshalb ein zu prüfendes Ausgangsmodell und mitteln zudem über das Probenvolumen. Eine höhere Lokalität kann durch die Verwendung des Transmissionselektronenmikroskops (TEM) erreicht werden.

Um zu bestimmen, ob sich die Fremdatome in einem lokal begrenzten Probenbereich von ca. 100 nm auf Gitter- oder Zwischengitterplätzen befinden, kann die TEM-Methode ALCHEMI (atomic location by channeling enhanced microanalysis, Kapitel 2.4.) angewandt werden. Man nutzt dabei die Abhängigkeit der Emission charakteristischer Röntgenstrahlung von der Einstrahlrichtung des Elektronenstrahls in die Kristallmatrix aus. Unter Zugrundelegung von Blochwellensimulationen zur Bestimmung der verkipplungsabhängigen Anregung der verschiedenen Blochzustände können Fremdatome in der Kristallmatrix mit einer Empfindlichkeit bis zu < 1 at% detektiert werden [Spe83, Ros99]. Durch die Auswertung experimenteller und simulierter Daten ist die Unterscheidung nicht nur zwischen dem Gitter- und Zwischengitterplatz, sondern auch zwischen Gitterplätzen verschiedener Atome möglich [Ros99]. Für hexagonales SiC liegen bereits Ergebnisse zur Bestimmung der Position von Ge nach Ionenimplantation und Temperung bei 1200°C vor [Kai01]. Dabei wurde gefunden, dass sich Ge bevorzugt auf einem Zwischengitterplatz anstelle eines Gitterplatzes befindet. Die zusätzlichen Atome im Kristallgitter verspannen dieses ferner.

Mittels konvergenter Elektronenbeugung (CBED, Convergent Beam Electron Diffraction) können in Zusammenhang mit begleitenden Simulationen bereits sehr geringe Gitterverzerrungen mit einer Empfindlichkeit von $\Delta a/a = 1 \times 10^{-4}$ bestimmt werden [Zou98, Krä00, Krä01, Kai99, Chu05]. Die hohe Empfindlichkeit der Linienpositionen von Reflexen höherer Ordnung wurde bisher noch nicht genutzt, um Gitterverzerrungen, hervorgerufen durch Einlagerung von Fremdatomen, in einer Matrix zu detektieren (Kapitel 2.3.).

Die Aufgaben dieser Arbeit sind:

- Überprüfung der beiden Methoden ALCHEMI und CBED für geringe Dotierungskonzentrationen anhand bekannter Gitterplatzbesetzung von Al in 4H-SiC und
- Anwendung der beiden Methoden auf konkrete Dotierungen

Dabei werden drei Arten von Dotierungen hinsichtlich der Gitterplatzbesetzung untersucht: p-Dotierung von Al, n-Dotierung von P und isovalente Dotierung von Ge. Der Eintrag von isovalentem Germanium in den SiC-Kristall erlaubt die Änderung der strukturellen, elektrischen und optischen Eigenschaften von SiC. Aufgrund des größeren Atomdurchmessers von Ge ist die Gitterkonstante der gebildeten $(\text{Si}_{1-x}\text{C}_{1-y})\text{Ge}_{x+y}$ Verbindung größer als bei undotiertem SiC [Gue99]. Ge dotiertes SiC kann für das Wachstum von Schichten auf SiC verwendet werden, die aufgrund eines zu großen Misfits der Gitterkonstanten nicht einkristallin auf undotiertem SiC wachsen würden [Wei05].

Im Rahmen dieser Arbeit werden beide Methoden, ALCHEMI und CBED sich gegenseitig ergänzend, eingesetzt. Die erhaltenen Resultate der ALCHEMI Untersuchung (Kapitel 4) bestimmen die Ausgangsmodelle in den Simulationen, die zur Interpretation der CBED-Muster dienen. Die konvergente Elektronenbeugung ist für Proben mit geringen Implantationsdosen geeignet. Bisher wurde CBED in diesem Kontext dazu genutzt, um sehr empfindlich Gitterkonstantenänderungen zu bestimmen, sowie erste Aussagen zur Gitterplatzbesetzung zu gewinnen [Ros01]. Bei hohen Fremdatomkonzentrationen bewirkt das starke Verzerungsfeld das Verschwinden von Linien im konvergenten Beugungsmuster und damit den Verlust benötigter Feininformation. Beide Methoden liefern Aussagen, ob sich die Fremdatome bevorzugt auf Gitter- oder Zwischengitterplätzen aufhalten. Dabei soll im Falle der ALCHEMI-Methode versucht werden, zwischen der Besetzung der Si- oder C-Gitterplätze zu unterscheiden. Es soll weiterhin der Frage nachgegangen werden, warum in P dotiertem SiC die Anzahl der elektrisch aktiven Dotanden selbst nach Temperung im Vergleich zur Fremdatomkonzentration bedeutend geringer ist [Cho04].

Die Experimentellen Untersuchungen gliedern sich dabei in drei Aufgaben (Kapitel 4):

- Aufgrund der bekannten Gitterplatzbesetzung von Al nach Ionenimplantation, wird Al implantiertes SiC als Test für die in dieser Arbeit verwendeten Methode dienen.
- Nach Verifizierung der kombinierten ALCHEMI/CBED-Methode werden P dotierten 4H-SiC Proben mit unbekannter Gitterplatzbesetzung untersucht werden.
- Um die Anwendbarkeit der Kombination von ALCHEMI und CBED für höhere Fremdatomkonzentrationen (~ 1 at%) zu testen, wird eine hoch dotierte Ge ionenimplantierte 4H-SiC Probe untersucht.

Des Weiteren werden durch begleitenden CBED-Simulationen und molekulardynamischen Berechnungen der Einfluss der Fremdatome auf das Kristallgitter und damit auf die experimentellen CBED-Muster nachvollzogen und tendenziell bestätigt werden (Kapitel 5.).

2. Grundlagen und Stand der Forschung

2.1. Siliziumkarbid (SiC)

2.1.1. Struktur des Halbleiters SiC

Siliziumkarbid ist eine stabile Verbindung von Elementen der IV. Hauptgruppe (Silizium und Kohlenstoff) und ein indirekter Halbleiter. Es zeichnet sich durch eine sehr hohe Härte (Mohs 9.5 nach Mohs, $HV = 2600$ nach Vickers) aufgrund einer geringen Bindungslänge zwischen Silizium und dem Kohlenstoff (0,189 nm) aus. Damit verbunden sind ein hoher Sublimationspunkt, eine hohe Wärmeleitfähigkeit, große Bandlücke, hohe thermische und chemische Belastbarkeit sowie Resistenz gegenüber radioaktiver Strahlung [Mün82]. Aufgrund dieser Eigenschaften kann SiC als Ausgangsmaterial zur Herstellung von Halbleiterbauelementen herangezogen werden, die unter Umgebungsbedingungen verwendet werden, wo andere Halbleiter wie Si oder Galliumarsenid (GaAs) nicht mehr einsetzbar sind. Dazu gehören Einsatzmöglichkeiten als Hochleistungsbauelement (in Umgebungen von aggressiven Medien oder hohen Temperaturen), z.B. als SiC-MOSFET (metal-oxide semiconductor field-effect transistor) bei über 600°C oder als Schaltelement mit sehr kurzen Schaltintervallen. Die große Stabilität ermöglicht zudem auch kompaktere Baugruppen als Si-basierte Geräte [z.B. Bha93, Neu98, Rom04]. Die Biokompatibilität von SiC erlaubt ebenfalls den Einsatz als Substrat für biologische Sensoren und Sonden in der Medizin und Biologie [San98]. Die hohe Energielücke von SiC gestattet zudem den Einsatz in der Optoelektronik z.B. zur Detektion von blauem oder ultravioletttem Licht. Durch die indirekte Bandstruktur ist ein direkter Übergang von Band zu Band nicht möglich, weshalb die Effizienz von Leuchtdioden auf SiC-Basis prinzipiell um einige Größenordnungen geringer als z.B. GaAs- oder GaN-LEDs (direkte Halbleiter) ist [Bis04].

SiC ist ein polytypes Material [Bau12, Whi63]. Diese Polytypen unterscheiden sich in der Stapelfolge von einzelnen Atomlagen und Wiederholungen der Stapelung entlang einer Stapelachse. Die einzelnen Schichten bestehen bei den SiC Polytypen immer aus einer Doppellage von Si- und C-Atomen. Dabei ist jedes Si-Atom tetraedrisch von vier C-Atomen umgeben. Die darauf folgende Doppellage von SiC ist entweder um +60° oder -60° verdreht. Somit gibt es drei verschiedene Doppellagen A, B, C. Die Stapelfolge der Doppellagen charakterisiert den Polytyp. Es existieren über 200 verschiedene Polytypen [Bar93], deren Periodizität teilweise erst nach über 100 Atomlagen zu erkennen ist, wie z.B. bei 114R [Yan99] bzw. 261R [Kuo82]. Von allen Polytypen sind vor allem vier relevant: 3C-SiC, 2H-SiC, 4H-SiC, und 6H-SiC. Diese Polytypen sind in Abb. 2-01 in $[1\ 1\ \bar{2}\ 0]$ -Projektion dargestellt.

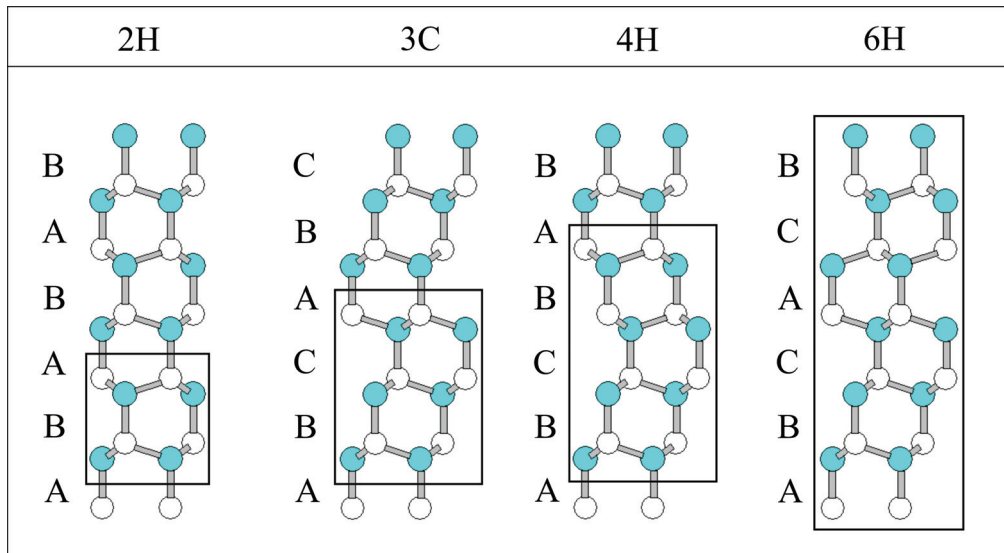


Abb. 2-01 Graphische Darstellung (der vier wichtigsten Polytypen (die jeweiligen Einheitszellen sind durch Rechtecke gekennzeichnet)) mit Bezeichnung der einzelnen Atomlagen in $(11\bar{2}0)$ Projektion

Die erste Zahl in dieser Nomenklatur nach Ramsdell [Ram51] kennzeichnet die Anzahl, der zu einer Periode gehörenden Atomlagen, während der Buchstabe an zweiter Stelle das Kristallsystem beschreibt (H = hexagonal, C = kubisch, R = rhomboedrisch (z.B. 9R-SiC oder 15R-SiC)). Eine gerade Anzahl von Doppellagen entspricht einer hexagonalen Struktur. Ein rhomboedrischer Polytyp wird durch eine ungerade Zahl (außer 3) symbolisiert. Für die Charakterisierung der Symmetrie von hexagonalen bzw. rhomboedrischen Kristallstrukturen werden statt der 3-zähligen Miller-Indizes ($h'k'l'$) die 4-zähligen Miller-Bravais-Indizes ($hkil$) verwendet. Es gelten dabei folgende Umrechnungsbeziehungen [Spi05]:

$$h = \frac{1}{3}(2h' + k' + l') \quad k = \frac{1}{3}(-h' + k' + l') \quad l = \frac{1}{3}(-h' + 2k' + l') \quad i = -(h + k)$$

Die Stapelfolge ist dabei in der $[1\ 1\ \bar{2}\ 0]$ (bzw. $[1\ 1\ 0]$) -Projektion, wie in Abb. 2-01 dargestellt, erkennbar.

Natürlich vorkommendes SiC tritt als polykristallines Moissanit [Wec77] auf und wird in der Schmuckindustrie als preisgünstiger Diamantersatz verwendet. Einkristalline SiC Schichten treten in der Natur nicht auf, sondern lassen sich nur durch verschiedene technische Verfahren herstellen. Verbreitet ist die CVD (Chemical Vapor Deposition) [Wag01] und die MBE (Molekular-Strahl-Epitaxie, einer Form der Physikalischen Dampfphasenabscheidung (PVD, Physical Vapor Deposition) [Fis01]. Die MBE ermöglicht das gezielte Wachstum spezieller Polytypen und erlaubt im Prinzip sogar den Polytypenwechsel zum Aufbau von SiC-Heterostrukturen [Fis01, Jin01].

Die Unterschiede in der Stapelfolge von SiC bedingen Unterschiede in den physikalischen Eigenschaften, wie in Tabelle 2-01 auch im Vergleich mit anderen wichtigen Halbleitern Si und GaAs dargestellt ist:

Parameter	Si	GaAs	4H-SiC	6H-SiC	3C-SiC
Gitterkonstante [nm] (300K)	$a_0 = 0,5431$ $a = 0,3840$ $c = 0,9407$	$a_0 = 0,5654$ $a = 0,3998$ $c = 0,9793$	$a = 0,3080$ $c = 1,0085$	$a = 0,3081$ $c = 1,5120$	$a_0 = 0,4359$ $a = 0,3083$ $c = 0,7551$
Dichte g/cm^3	2,33	5,32	3,2	3,2	2,3
Energielücke [eV]	1,1	1,42	3,2	3,0	2,3
Dielektr. Konstante ϵ	11,9	13,1	9,7	9,7	9,7
Wärmeleitfähigkeit [$\text{Wcm}^{-1}\text{K}^{-1}$]	1,5	0,5	3-5	3-5	3-5
Intrinsische Ladungsträgerkonzentration [cm^{-3}] bei 25°C	10^{10}	$1,8 \times 10^6$	10^{-7}	10^{-5}	10
Diffusionskonstanten [cm^2s^{-1}]	B: $3,3 \times 10^{-12}$ (1000°C)	V: 1×10^{-14} (1100°C)	(1800°C) N: 5×10^{-12} (1700°C) Al: $2,3 \times 10^{-13}$ (1700°C) B: $2,5 \times 10^{-13}$		
Elektronenbeweglichkeit N_D [$10^{16} \text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$] (25°C)	1200	6500	\parallel c 800 \perp c 800	\parallel c 60 \perp c 400	750
Löcherbeweglichkeit N_A [$10^{16} \text{cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$] (25°C)	420	320	115	90	45
n-Dotierung: Ionisierungsenergie [meV]	P: 45 As: 54	Si: 5,8	N: 45 P: 80	N: 80 P: 80	N: 50
p-Dotierung: Ionisierungsenergie [meV]	B: 45	B, Mg, C: 28	Al: 200 B: 300	Al: 200 B: 300	Al: 270

Tabelle 2-01 Zusammenstellung einiger Eigenschaften von SiC-Polytypen im Vergleich mit anderen Halbleitern (bei Si, GaAs und 3C-SiC wurde die Gitterkonstante a_0 aufgrund besserer Vergleichbarkeit in die hexagonale Entsprechung a umgerechnet) [Har95, Pen98, Neu98, Cho97, Cho04, Jan00, Vod92]

2.1.2. p- und n-Dotierung von SiC

Für die Erzeugung von elektronischen Halbleiterbauelementen ist die Generierung von definiert dotierten Bereichen notwendig. SiC lässt sich aufgrund der geringen Diffusionskoeffizienten von Fremdatomen in SiC in-situ während des Kristallwachstums bzw. der Epitaxie oder auch durch Ionenimplantation ex-situ dotieren [Rom04]. Im Prinzip können alle stabilen Elemente und deren Isotope implantiert werden. Allein die Verfügbarkeit von bestimmten seltenen Isotopen begrenzt die Einsetzbarkeit und Wirtschaftlichkeit, wobei für die p- und n-Dotierung von SiC überwiegend B, Al, Ga (für p-Dotierung) [z.B. Jan03, Sak01, Sat01] und N, P, As (n-Dotierung) [z.B. Rur03, Sat01, Han99] benutzt werden. Dabei sind N und Al die wichtigsten Dotanden, weil sie sehr flache Donator- bzw. Akzeptorniveaus besitzen [Mül00, Car99].

Aufgrund der gewährleisteten Reproduzierbarkeit und Qualität der Epilayer und wegen des zusätzlich möglichen Einsatzes für die industrielle Massenproduktion ist die Chemische Gasphasenabscheidung (CVD) die wichtigste angewandte epitaktische Methode [Neu98, Dmi99]. Verschiedene andere Verfahren zur Herstellung dieser Schichten werden ausführlich in der Literatur behandelt, wie unter anderem die Sublimationsmethode [Kim92, Mal96, Syv99], Molekularstrahlepitaxie (MBE) [Pez01, Fis01, Kai98, Hat98] und Flüssigphasenepitaxie (LPE) [Ren96] [Rom04].

Je nach Dotieratom und angewandeter Dotier- bzw. Wachstumsmethode (Ionenimplantation, CVD) und -parametern (z.B. Implantationsdosis, Substrattemperatur, Ausheiltemperatur, Druck) befindet sich die Mehrzahl der eingebrachten Fremdatome auf unterschiedlichen Positionen im Kristall. Diese Positionen werden zumeist durch integrale optische bzw. elektrische Messmethoden wie Hallmessungen [Sak01, Sch02a, Ses98, Rao95], Sekundärionen-Massenspektrometrie [Kak02, Aca05], Kathodo- und Photolumineszenz [Kak02, Gao03, Sah05], Elektronenspinresonanz-Spektroskopie [Smi99], Kapazität-Spannungs-Messungen [Kak02, Rao95] bzw. Rutherford-Rückstreuung [Neg04, Rao95, Kim97] bestimmt. Demnach befindet sich ein Großteil aller eingebrachten Atome in ionenimplantierten Proben auf Zwischengitterplätzen, wohingegen sich bei den gewachsenen Schichten mittels CVD bzw. PVD, die Fremdatome mehrheitlich auf Gitterplätzen (Si- oder C) befinden. Einigen Veröffentlichungen zufolge verdrängt bei bestimmten Parametern der Ionenimplantation (wie Substrattemperatur, Implantationsdosis) die Mehrzahl der Fremdatome Si-Atome, wie z.B. für Al [Hee00], P [Lar97, Rur03] und Ge [Kat99], bzw. C-Atome wie z.B. für N [Rur03, Lar94], B [Boc01] und P [Cho90] von ihren Gitterplätzen.

Die möglichen Zwischengitterplätze können aufgrund vorhandener Lücken in der Kristallstruktur mittels geometrischer Betrachtungen bestimmt werden. Abb. 2-02 zeigt die aus geometrischen Gesichtspunkten wahrscheinlichsten Aufenthaltsorte von Fremdatomen in verschiedenen Polytypen von SiC. Anhand der unterschiedlichen Koordinierung, d.h. der Verbindung mit den Nachbaratomen und den jeweilige Abstand zum Nachbaratom, unterscheidet man vier besondere Zwischengitterplätze: die tetragonale (te), trigonale (tr), oktaedrische (ok) und trigonal (anti)prismatische (trap) Koordination.

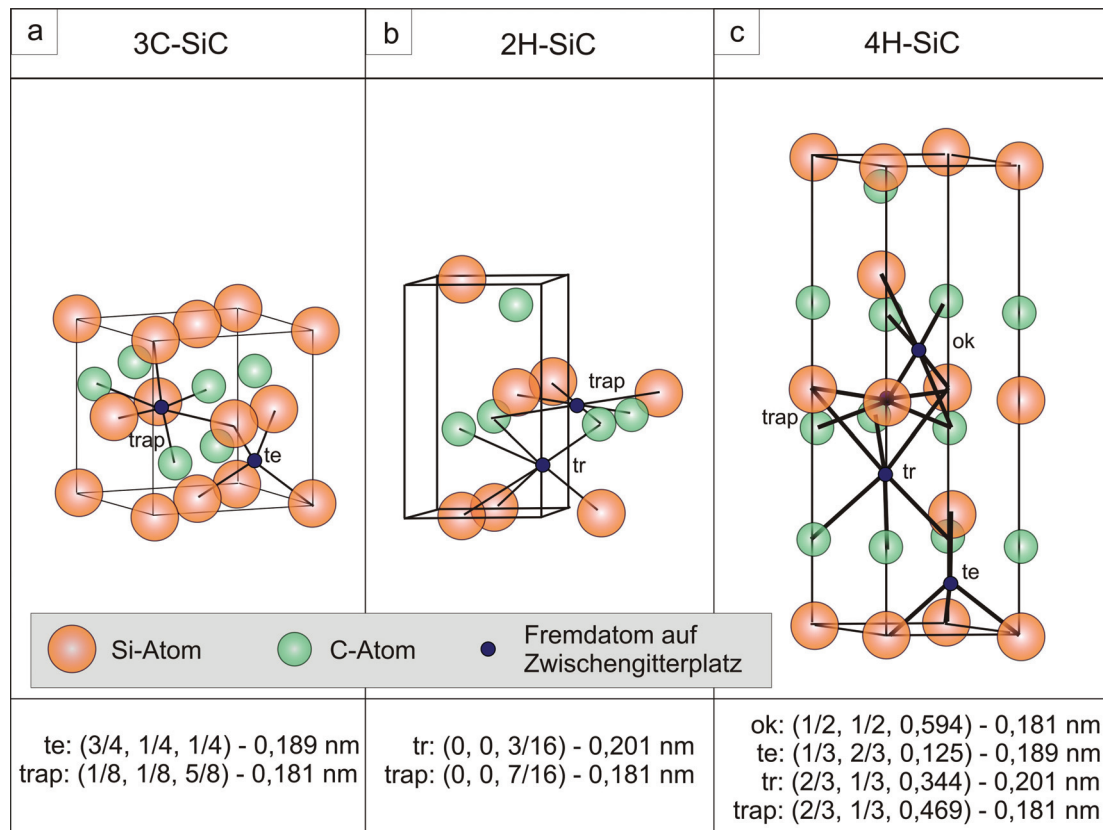


Abb. 2-02 Graphische Darstellung der Lagen der unterschiedlich koordinierten Zwischengitterplätze in (a) 3C-, (b) 2H- und (c) 4H-SiC, tetragonal (te), trigonal (tr), oktaedrisch (ok), trigonal antiprismatisch (trap) [Kai02]. Die Bestimmung der Zwischengitterplätze erfolgte aufgrund geometrischer Betrachtungen mit einem Programm von [Koc96]

Dabei sind, wie Abb. 2-02 zu entnehmen ist, die jeweiligen Abstände zu den Nachbaratomen unterschiedlich groß, wobei die maximalen Abstände für die hexagonalen Polytypen 0,201 nm bzw. für den kubischen Polytyp 0,189 nm betragen.

Zur Bestimmung der Gitterplatzbesetzung von Dotanden wird in dieser Arbeit aufgrund der höheren Lokalität der Untersuchung gegenüber den oben erwähnten Methoden die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) benutzt, welche im folgenden Kapitel näher erläutert werden soll.

2.2. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

2.2.1. Interaktion von Elektronen mit Materie im TEM

Trifft ein kohärenter Elektronenstrahl auf eine dünne (~100 nm dick) kristalline Probe, so wird er durch diese beeinflusst. Die dabei gebeugten Elektronen bzw. die entstehende Strahlung in Form von charakteristischer Röntgenstrahlung können zur Analyse herangezogen werden (siehe Abb. 2-03). In der vorliegenden Arbeit werden der direkte Strahl und die kohärent elastisch vorwärtsgestreuten Elektronen zur Untersuchungen herangezogen.

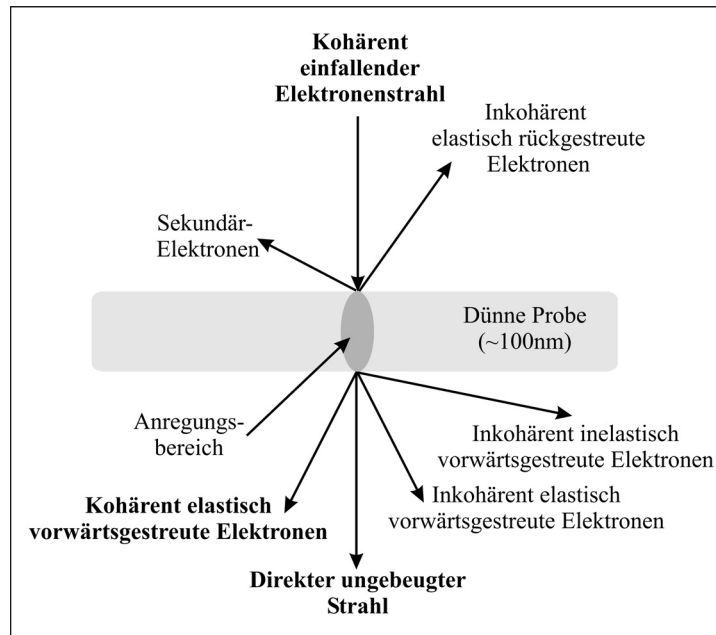


Abb. 2-03 Elektronenbeugungseffekte beim Durchgang durch eine dünne Probe; Die **derart** dargestellten Effekte werden in dieser Arbeit besonders zur Untersuchung herangezogen..

Vergleichbar mit der Beugung von Lichtstrahlen an einem periodischen Gitter streut im TEM der Elektronenstrahl am periodischen Kristallpotenzial. Die Streurichtung wird dabei durch die Kristallsymmetrie und die Streuintensität durch die atomare Zusammensetzung der Proben bestimmt. Das führt zu einem Beugungsbild mit diskreten Beugungsreflexen und definierten Reflexintensitäten. Bei der kinematischen Beugungstheorie werden nur einfache Streuprozesse zwischen dem einfallenden Strahl und den atomaren Streuamplituden der Kristallbausteine betrachtet. Dabei wird vorausgesetzt, dass nur ein geringer Teil der einfallenden Intensität in die gebeugten Reflexe streut, was für dünnste Kristallstrukturen näherungsweise erfüllt ist (für $S_i < 5 \text{ nm}$). Der einfallende Elektronenstrahl \vec{k}_0 kann nur in solche Richtungen \vec{k} gebeugt werden, die ein ganzzahliges Vielfaches n eines reziproken Gittervektors \vec{g} betragen, was durch die Laue-Gleichungen beschrieben wird:

$$\vec{k} = \vec{k}_0 + n \cdot \vec{g} \quad n \in \{1, 2, 3, \dots\} \quad (1)$$

Für den Fall der elastischen Elektronenbeugung ist $|\vec{k}| = |\vec{k}_0|$. Der reziproke Gittervektor $\vec{g} = h \cdot \vec{a}_x^* + k \cdot \vec{a}_y^* + l \cdot \vec{a}_z^*$ beschreibt die streuende Kristallstruktur unter Verwendung der Millerschen Indizes (hkl) und der reziproken Gittervektoren \vec{a}_i^* , die sich wiederum aus den Basisvektoren des Realkristalls \vec{a}_i gemäß folgender Gleichung (bei zyklischer Vertauschung von i, j, k) berechnen lassen.

$$\vec{a}_i^* = 2\pi \frac{\vec{a}_j \times \vec{a}_k}{\vec{a}_i (\vec{a}_j \times \vec{a}_k)} \quad (2)$$

Die elastische Beugung an Kristall- oder Gitterebenen wird durch das Braggsche Gesetz beschrieben, Abb. 2-04.

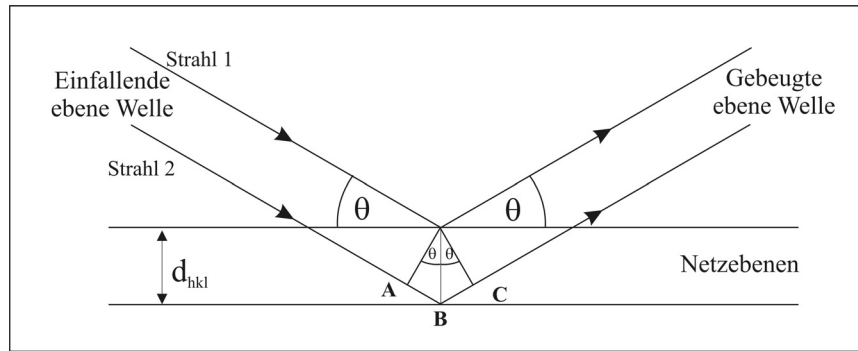


Abb. 2-04 Veranschaulichung des Braggschen Gesetzes

Der Wegunterschied zwischen den beiden Strahlen der gebeugten Welle beträgt: $\Delta x = \overline{AB} + \overline{BC}$ mit $\overline{AB} = \overline{BC}$. Mit $\overline{AB} = d_{hkl} \sin(\theta)$ und $\Delta x = n \cdot \lambda$, $n \in \mathbb{N}$, λ Wellenlänge des Elektrons) ergibt sich somit das Braggsche Gesetz:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

mit $\frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\left(\frac{h}{a_1}\right)^2 + \left(\frac{k}{a_2}\right)^2 + \left(\frac{l}{a_3}\right)^2}$ für orthogonale Kristallsysteme.

Dabei hängt der Netzebenenabstand d_{hkl} von den Millerschen Indizes ab, die die kleinsten ganzzahligen Nenner der reziproken Achsenabschnitte darstellen [z.B. Kle98, Spi05].

2.2.2. Aufbau und Funktionsweise des TEM

Das Transmissionselektronenmikroskop ist dem optischen Mikroskop sehr ähnlich, wobei die Glaslinsen durch magnetische Linsen ersetzt werden. Diese lenken gemäß dem Lorentz-Gesetz $F = e(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B})$ den Elektronenstrahl ab. Die Aufgabe, den Elektronenstrahl zu erzeugen („Lichtquelle“) und zu bündeln, übernehmen, anstelle einer Lichtquelle die Elektronenquelle und das Kondensorlinsensystem, Abb. 2-05. Als Elektronenquelle mittels Glühemission wird im Allgemeinen ein Lanthanhexaborid-Kristall (LaB_6) verwendet, dessen Energieunschärfe (für eine Beschleunigungsspannung von 200 kV) $\Delta E = 1,5 \text{ eV}$ beträgt. Je nach Einstellung der Kondensorlinsen erhält man für die Ausleuchtung der Probe einen parallelen

Strahl oder einen konvergenten bzw. divergenten Strahl. In der Probenebene befindet sich die Objektivlinse, deren hintere Brennebene unterhalb der Probe liegt (Abb. 2-05).

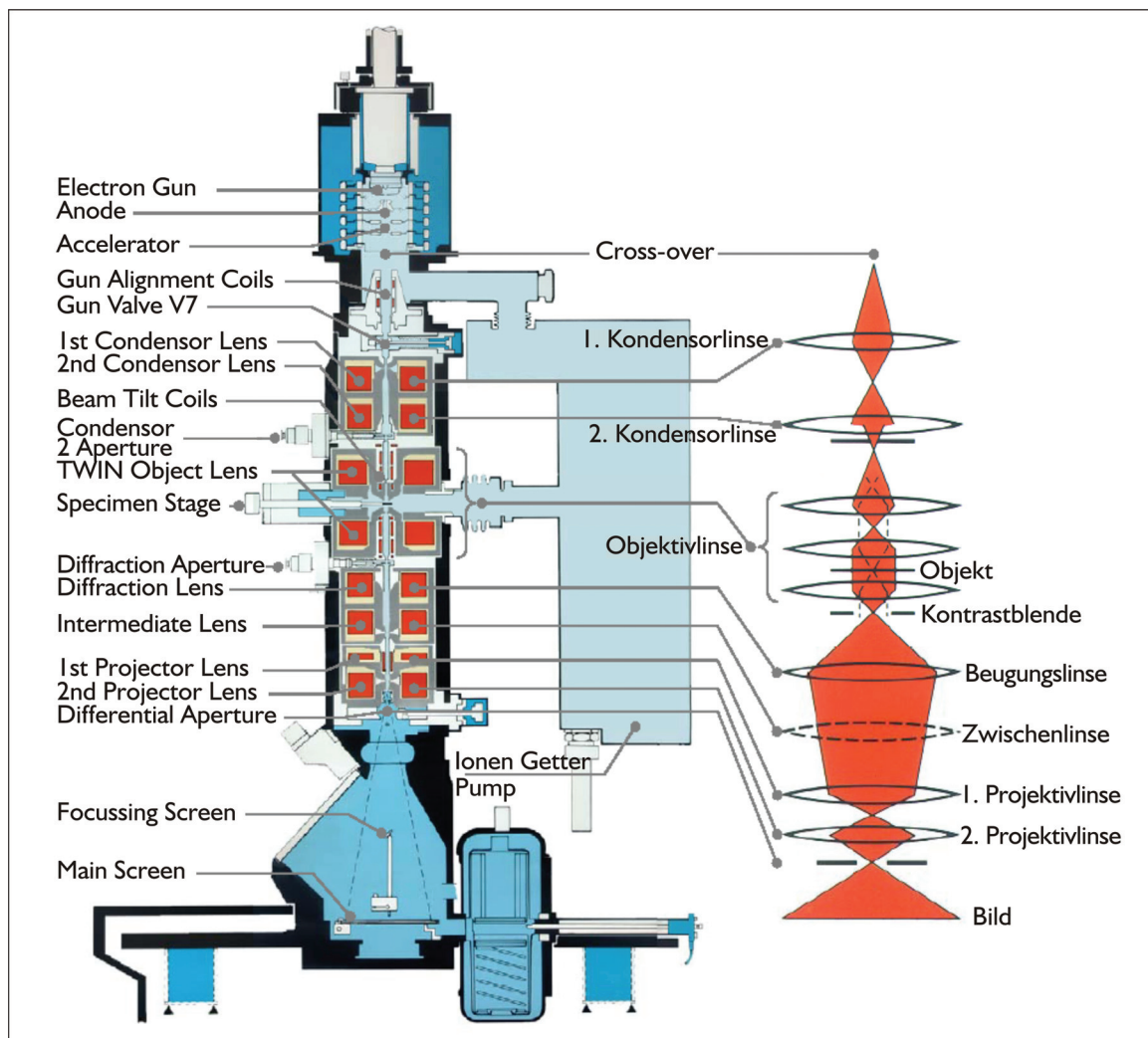


Abb. 2-05 TEM-Aufbau (links) und schematischer Strahlengang für Hellfeldabbildung (rechts) an einem TECNAI System [© FEI]

Die Objektivlinse, die wichtigste Linse im TEM, übernimmt die Hauptaufgabe der Vergrößerung. In der hinteren Brennebene der Objektivlinse entsteht das Beugungsbild. Mit Blenden in der hinteren Brennebene können die unterschiedlichen Darstellungsmodi (Abb.2-06) realisiert werden. Die Feinbereichsblende, unterhalb der hinteren Brennebene, erlaubt die Elektronenbeugung an bestimmten ausgewählten Probenbereichen. Die Beobachtung kann mit Hilfe eines Beobachtungsschirms, TV-Monitors bzw. CCD-Kamera erfolgen, Abb. 2-05. Zusätzlich kann sich in bzw. unter der Säule ein Energiefilter befinden, mit dem durch Filterung der inelastisch gebeugten Strahlanteile eine Verbesserung des Kontrastes und damit einhergehend eine Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses (SNR) erreicht werden kann.

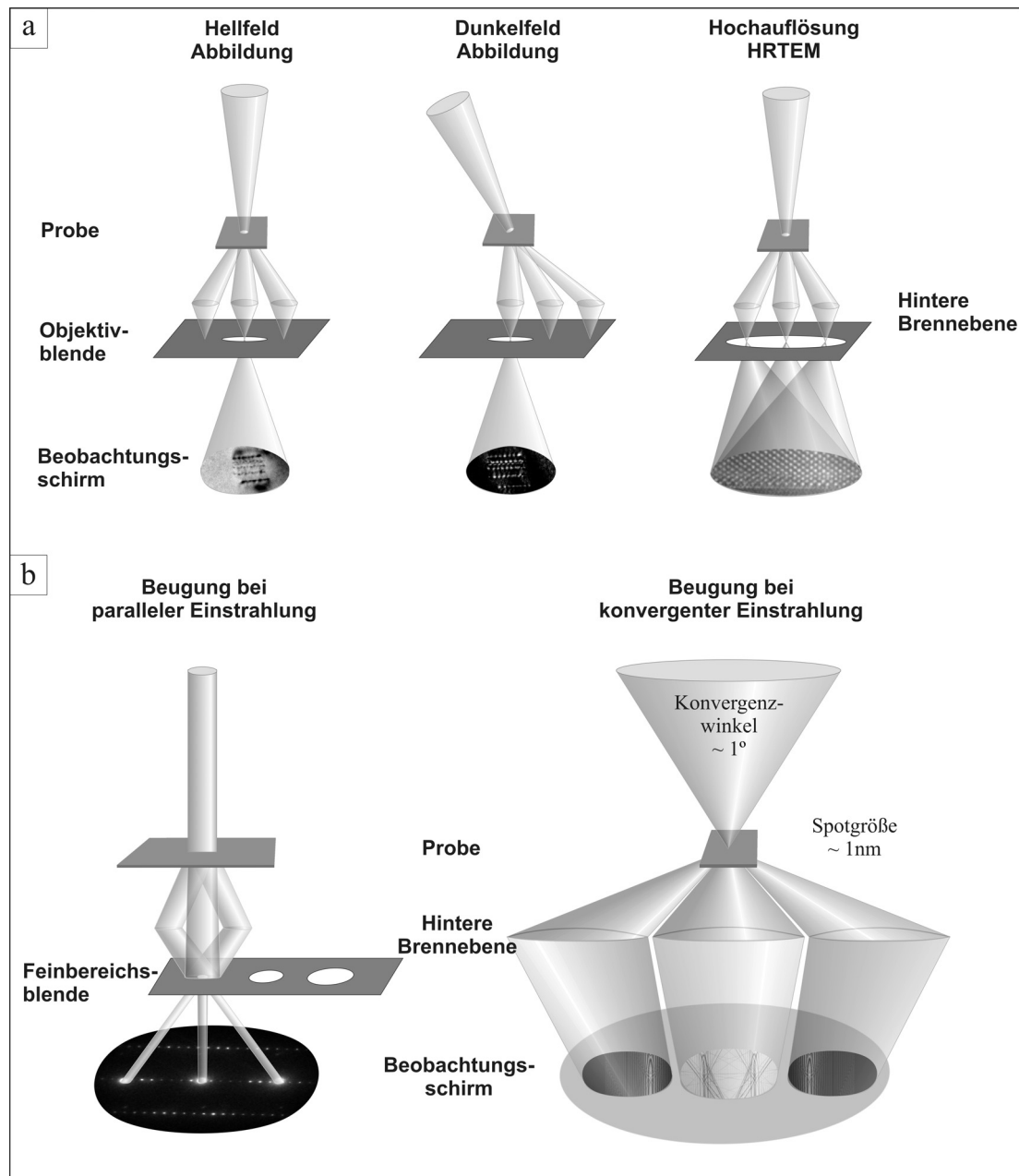


Abb. 2-06 Abbildungsmodi im TEM a) Realraumabbildungen und b) Beugung bei unterschiedlicher Einstrahlung [Kai02a]

Die Elektronenmikroskopie bei parallelem Elektronenstrahl wird auch CTEM (Conventional TEM) genannt, wozu die Hell- und Dunkelfeldabbildung sowie die (Feinbereichs-)Beugung (SAED, Selected Area Electron Diffraction) und die Hochauflösung (HRTEM, High Resolution TEM) gehören. Die Beugung mit konvergentem Elektronenstrahl wird als CBED (Convergent Beam Electron Diffraction) bezeichnet.

Zur Entstehung einer Hellfeld-Abbildung wird mit der Objektivblende nur der Reflex des direkten Strahls (000-Strahl), der in der optischen Achse des TEM-Linsensystems liegt, ausgewählt. Alle weiteren gebeugten Strahlen werden ausgeblendet. Bei der Dunkelfeldabbildung wird dagegen durch Anlegen von zusätzlichen Feldern ein gebeugter Strahl in die opti-

sche Achse gebracht (da hier die Linsenfehler am geringsten sind) und der Hauptstrahl und die weiteren gebeugten Strahlen ausgeblendet. Dadurch tragen nur Bereiche der Probe zur Abbildung bei, die zu dem verwendeten gebeugten Strahl gehören. Alle anderen Bereiche bleiben in der Abbildung dunkel. Bei der Elektronenbeugung wird durch eine veränderte Anregung der Objektivlinse das Beugungsmuster auf dem Schirm abgebildet. Durch Verwendung der Feinbereichsblende wird die Abbildung von Beugungsmustern von ausgewählten Probenbereichen zur Bestimmung von Kristallstruktur und Gitterkonstanten ermöglicht.

Bei der Hochauflösungsabbildung (HRTEM) [z.B. Bet92, Rei93] werden mehrere Reflexe durch die Objektivblende gelassen, die miteinander interferieren (siehe Abb. 2-06). Deshalb sind Hochauflösungsabbildungen als Interferenzabbildungen anzusehen und als solche nicht direkt, sondern nur im Vergleich mit begleitenden Simulationen, interpretierbar [Spe81, Rei93, Wil96]. HRTEM ist eine direkte Abbildung des Kristallgitters eines kristallinen Objekts und erlaubt eine Bestimmung von Atompositionen und Netzebenenabständen unter Ausnutzung von Phasenkontrasterscheinungen, welche stark von der Probendicke und TEM-Parametern wie Fokussierung und Linsenfehler in Form der sphärischen Aberration abhängen [Jin01]. Dabei wird zur Bestimmung der Netzebenenabstände die Schnelle Fouriertransformation (FFT) verwendet, um eine beugungsbildähnliche Analyse der Periodizitäten innerhalb des zu untersuchenden Hochauflösungsbildes zu erhalten [Coo65, Rei93].

2.3. Konvergente Elektronenbeugung (CBED)

2.3.1. Allgemeines und Anwendung

Bei der konvergenten Elektronenbeugung (CBED) wird der Elektronenstrahl auf die Probe fokussiert, wodurch eine kegelförmige Beleuchtung der Probe realisiert wird. Dabei bilden sich im Gegensatz zur parallelen Einstrahlung mit punktförmigen Reflexen Beugungsscheiben aus. Die Intensität in den Beugungsscheiben entsteht als Summe einzelner Beugungspunkte jedes geneigten Elektronenstrahls des konvergenten Bündels. Die Größe der Beugungsscheiben wird dabei durch den Konvergenzwinkel (siehe Abb. 2-06) bestimmt. Innerhalb des Beugungsbildes bleiben die Abstände der einzelnen Reflexe beim Übergang zur konvergenten Einstrahlung, Abstände der Mittelpunkte der Beugungsscheiben, konstant. Innerhalb dieser Scheiben ist ein Netzwerk feiner Linien (HOLZ-Linien, Higher Order Laue Zone-Linien) vorzufinden, die für das beobachtete Material, die benutzte Orientierung und für die verwendete Beschleunigungsspannung der Elektronen charakteristisch ist [Rei93, Wil96, Spe92].

Die Elektronenbeugung bei konvergenter Einstrahlung wird für die Bestimmung verschiedenster Parameter und Eigenschaften von Festkörpern verwendet. So lässt sich CBED bei der Untersuchung von Kristallbaufehlern wie Versetzungen [Tan88, Cho92], Stapelfehlern [Tan88] oder Grenzflächen [Bok00, Mor03] und der Bestimmung von Punkt- und Raumgruppen [Tan83, Tan89, Sue04], Ladungsdichten und Strukturfaktoren [Tsu99, Tsu02], Gitterkonstanten [Spe92, Kai99, Krä00, Krä01, Chu04] und Polaritäten [Dei04, Spi02] anwenden.

2.3.2. Die Linienentstehung

Für die Erklärung der Reflexe durch konstruktive Interferenz ist das Braggsche Gesetz anwendbar (siehe Kapitel 2.2.1. und Abb. 2-07). Dabei liegen alle gebeugten Strahlen, die unter dem gleichen Winkel θ zu einer definierten Schar von hkl -Netzebenen einfallen, auf einem Kegel (siehe Abb. 2-07).

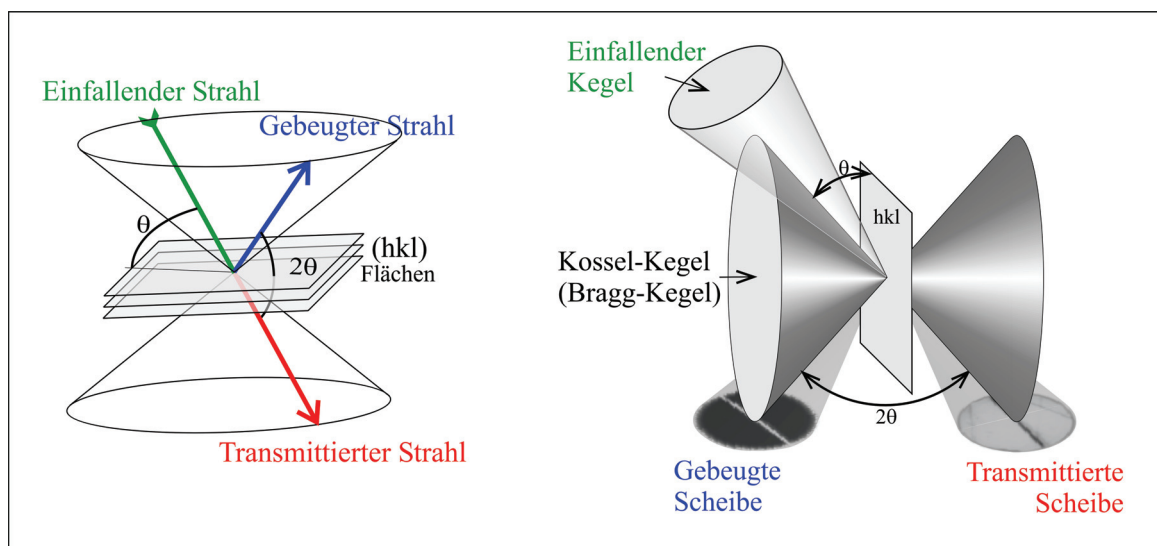


Abb. 2-07 Bei konvergenter Einstrahlung liegen die Strahlen mit gleichem θ auf einem Kegel (Kossel- bzw. Bragg-Kegel); diese Kegel erzeugen die beobachteten Linien [Kai00]

Die Projektion der Kegel (auch Kossel- bzw. Braggkegel genannt) auf die Beobachtungsebene ergibt eine Linie sowohl in der transmittierten Scheibe (dunkel) als auch in der gebeugten Scheibe (hell). Die Intensitätsunterschiede resultieren daraus, dass die Intensität, die im gebeugten Strahl ist, im transmittierten Strahl fehlt. Diese Linien werden als deficient- und excess-HOLZ-Linien bezeichnet, die paarweise auftreten, wobei Linien höherer Ordnung erst bei größeren Probendicken (> 100 nm) erscheinen. Die Abstände und die Indizierung der einzelnen Reflexe (bzw. Mittelpunkte der Beugungsscheiben) innerhalb des Beugungsbildes bleiben beim Übergang von der parallelen zur konvergenten Einstrahlung konstant.

Von allen Beugungsscheiben ist die 000-Scheibe am interessantesten, weil sie die transmittierte Scheibe ist und die Reflexionen aller Netzebenen, die in der gewählten Einstahlrichtung in Reflexionsstellung enthalten sind, beinhaltet. Demzufolge erhält man deficient-Linien aller entsprechenden Beugungsordnungen in der 000-Scheibe.

Anhand der Abb. 2-08 sollen HOLZ-Reflexe veranschaulicht werden. Man bedient sich dabei der Ewaldkonstruktion, wobei Beugungsreflexe (Beugungsscheiben) entstehen, wenn die Ewald-Kugel die reziproken Gitterpunkte schneidet (exakte Braggbedingung). Somit entsteht direkt um den transmittierten Strahl ein Beugungsmuster, sowie für höhere Beugungswinkel, charakteristische Ringe (siehe Abb. 2-08). Das Skalarprodukt eines Translationsvektors \vec{r} des Kristallgitters mit einem Vektor \vec{g} des reziproken Gitters $\vec{g} * \vec{r} = hu + kv + lw = n$ ist immer eine ganze nicht negative Zahl.

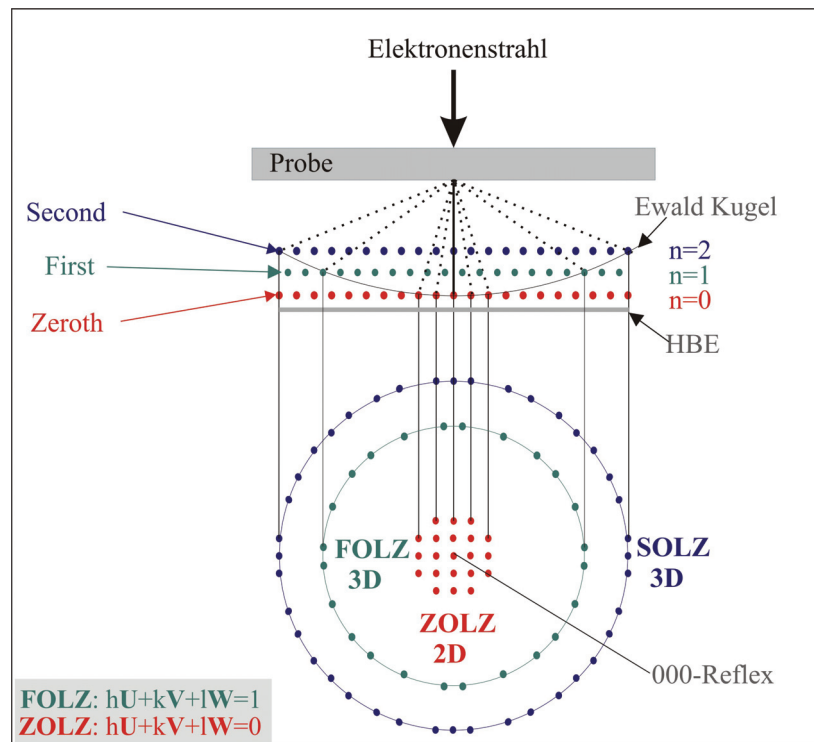


Abb. 2-08 Ausbildung der Lauezone für parallele Elektronenstrahlen; HBE: hintere Brennebene [Kai00]

Für $n = 0$ liegen alle \vec{g} in einer Ebene durch den Ursprung des reziproken Gitters und stehen senkrecht auf der Zonenachse \vec{r} . Die Ebenenschar, die zu diesen Vektoren \vec{g} gehören, haben die Zonenachse als gemeinsame Schnittlinie. Die von den Vektoren \vec{g} aufgespannte Ebene im reziproken Gitter wird als ZOLZ (Zeroth Order Laue Zone, $n = 0$), FOLZ (First Order Laue Zone, $n = 1$), SOLZ (Second Order Laue Zone, $n = 2$), TOLZ (Third Order Laue Zone, $n = 3$) und alle höheren als HOLZ (Higher Order Laue Zone).

2.3.3. Einfluss von Gitterkonstanten bzw. Beschleunigungsspannung auf Linienposition

Die Linienposition ist material- und geräteparameterspezifisch über den Winkel zwischen der (hkl)-Netzebene und der jeweiligen Zonenachse definiert. In der Abb. 2-09 werden die Zusammenhänge verdeutlicht. Da der Wellenvektor \vec{k} von der Wellenlänge der Elektronen, und damit von der Beschleunigungsspannung, abhängt, ergibt sich eine Abhängigkeit der Linienposition von der Beschleunigungsspannung. Ebenso ist die Linienposition vom reziproken Gittervektor \vec{g} und damit vom Gitterparameter des Kristalls abhängig, Abb. 2-09 bzw. 2-10.

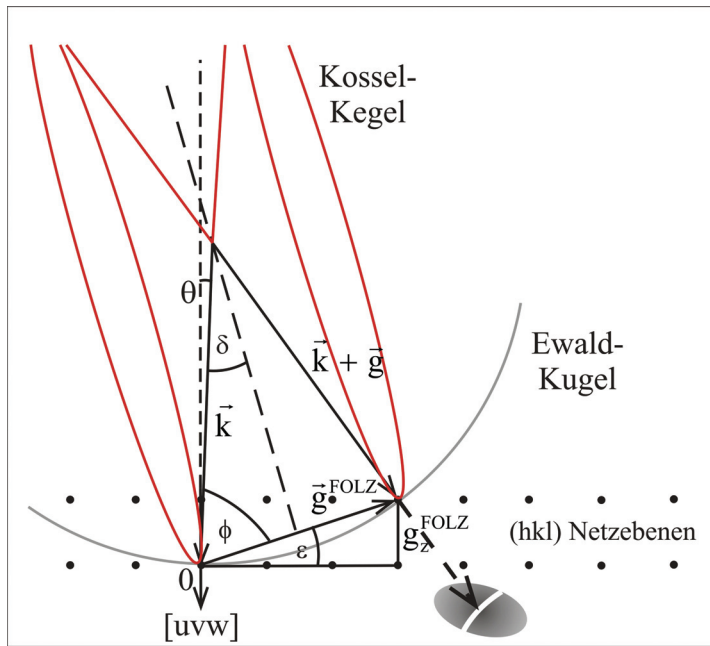


Abb. 2-09 Die Position einer Linie in Abhängigkeit vom Beugungswinkel θ [Kai00]

Aus Abb. 2-09 ergeben sich folgende Winkelbezeichnungen:

θ = Winkel zwischen der Zonenachse $[uvw]$ und der Linie

ε = Winkel zwischen dem Gittervektor der Linie \vec{g} und der Projektion von \vec{g} auf die xy -Ebene des reziproken Gitters \vec{g}_{xy}

ϕ = Winkel zwischen dem Wellenvektor des einfallenden Strahls \vec{k} und dem Gittervektor \vec{g}

δ = Halbwinkel zwischen dem Wellenvektor des einfallenden Strahls \vec{k} und dem gebeugten Strahl $\vec{k} + \vec{g}$

Da die Zonenachse senkrecht zur den HOLZ-Reflexen steht, gilt folgende Winkelbeziehung:

$$\pi/2 = \theta + \phi + \varepsilon$$

Der Winkel ϕ lässt sich bestimmen zu:

$$\phi = \pi/2 - \delta,$$

woraus für den Winkel θ folgt:

$$\theta = \delta - \varepsilon$$

Mit $\sin \delta = \frac{g/2}{k}$ bzw. $\sin \varepsilon = \frac{g_z}{g}$ lässt sich die Linienposition θ wie folgt angeben:

$$\theta = \arcsin\left(\frac{g}{2k}\right) - \arcsin\left(\frac{g_z}{g}\right) \quad (4)$$

Setzt man nun für $k = 1/\lambda$ ein¹ und für λ die Formel zur Berechnung der relativistischen Wellenlänge (U Beschleunigungsspannung; m_0 Ruhemasse des Elektrons)

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eU \left(1 + \frac{eU}{2m_0 c^2}\right)}}$$

ein, so bestimmt sich die Ableitung von θ nach U zu:

$$\frac{\partial \theta}{\partial U} = -\frac{|\vec{g}|}{4U} \frac{\left(1 + \frac{eU}{m_0 c^2}\right)}{\left(1 + \frac{eU}{2m_0 c^2}\right)} \left(k^2 - \frac{|\vec{g}|^2}{4}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (5)$$

mit $eU \gg m_0 c^2$ ergibt sich Gleichung 5 zu:

$$\frac{\partial \theta}{\partial U} \approx -\frac{|\vec{g}|}{4U} \left(k^2 - \frac{|\vec{g}|^2}{4}\right)^{-\frac{1}{2}}$$

Für ein kubisches Kristallsystem ($a_1 = a_2 = a_3 = a$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) ist $\partial\theta/\partial a$:

$$\frac{\partial \theta}{\partial a} = -\frac{|\vec{g}|}{2a} \left(k^2 - \frac{|\vec{g}|^2}{4}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (6)$$

¹ Anmerkung:

In der Elektronenmikroskopie wird für gewöhnlich der Faktor 2π in den Wellenfunktionen separat im Phasenterm (also nicht innerhalb von k) angegeben, so dass dieser Faktor bei weiteren Berechnungen weggelassen wird: $\psi(\vec{r}) \propto e^{2\pi i \vec{k} \vec{r}} = e^{i \vec{k}' \vec{r}}$, $\vec{k}' = 2\pi \vec{k}$

Aus den Gleichungen 5 und 6 geht hervor, dass die Linienverschiebung $\Delta\theta$ als Funktion der Gitterkonstante bzw. Beschleunigungsspannung mit größer werdendem \vec{g} -Vektor ebenfalls größer wird, d.h. dass die Linien aus höheren Ordnungen (FOLZ, SOLZ etc.) sensibler auf Änderungen der Gitterkonstante reagieren. Die graphische Darstellung in Abb. 2-10 soll dies demonstrieren. Sie zeigt für ein kubisches System mit der Gitterkonstante a die Veränderung der Linienposition $\partial\theta/\partial a$ in Abhängigkeit vom Betrag des Gittervektors \vec{g} mit

$$|\vec{g}| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{1}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

in Einheiten von $1/a$. Demnach gilt: Je größer die Summe der Quadrate der Millerschen Indizes ist, desto größer ist der Betrag des Gittervektors \vec{g} und desto größer ist die Linienverschiebung. Wie in der Abb. 2-09 dargestellt ist, gehören Gittervektoren mit großen Beträgen d.h. mit größeren Abständen zum Ursprung des reziproken Gitters zu den Reflexen höherer Ordnung. Sie sind also keine ZOLZ-Reflexe mehr, sondern FOLZ-, SOLZ-, TOLZ- etc. Reflexe mit $g_z > 0$. Analoges gilt für die Linienverschiebung durch Änderung der Hochspannung.

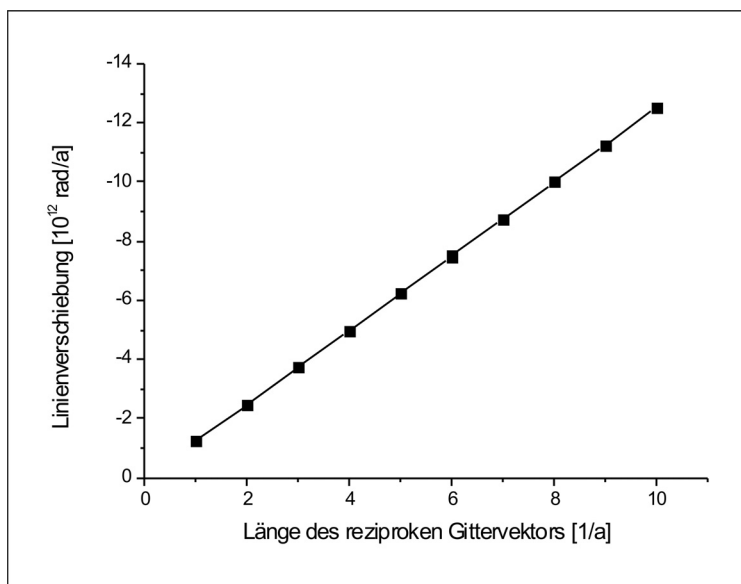


Abb. 2-10 Linienverschiebung $\partial\theta/\partial a$ im kubischen Gitter bei Änderung der Gitterkonstante a in Form des Betrages g des reziproken Gittervektors

2.3.4. Energiegefilterte CBED

Bei zunehmender Probendicke erhöht sich der Anteil der inelastisch gebeugten Strahlen (Strahlen mit Energieverlust, siehe Abb. 2-03, Kapitel 2.2.1.), was im konvergenten Beugungsbild dazu führt, dass das Signal-Rausch-Verhältnis sinkt und die eindeutige Detektion von HOLZ-Linien erschwert wird [Chu04].

Um diesen Einfluss zu kompensieren, werden die inelastisch gebeugten Strahlen beim Durchgang durch zusätzlichen magnetische Linsen und Blenden gemäß der Lorentzkraft $\vec{F} = e(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B})$ dergestalt abgelenkt, dass sie nicht mehr zur Abbildung beitragen, wie in Abb. 2-11 dargestellt ist.

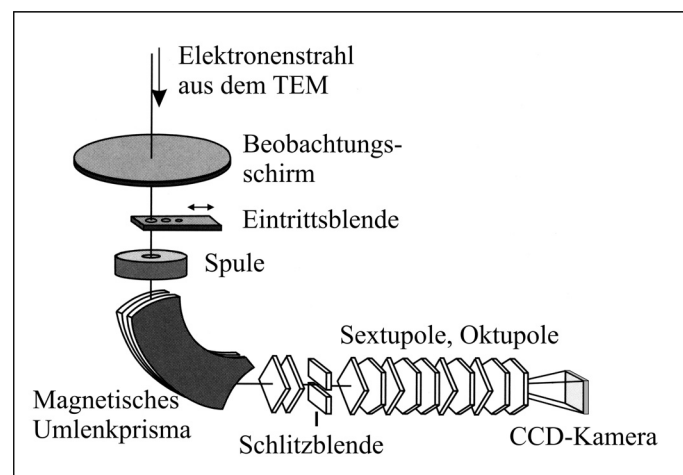


Abb. 2-11 Schema eines Energiefilters der Firma Gatan™ (GIF, Gatan Image Filter)

Abb. 2-12 zeigt in Gegenüberstellung wie sich die Filterung der inelastisch gebeugten Strahlen auf das aufzunehmende Bild auswirkt. Deutlich ist die Verbesserung des SNR und die Kontrastverstärkung innerhalb des CBED-Musters in Abb. 2-12b zu erkennen, wo nun auch feinste Linien höherer Ordnung deutlich erkennbar sind.

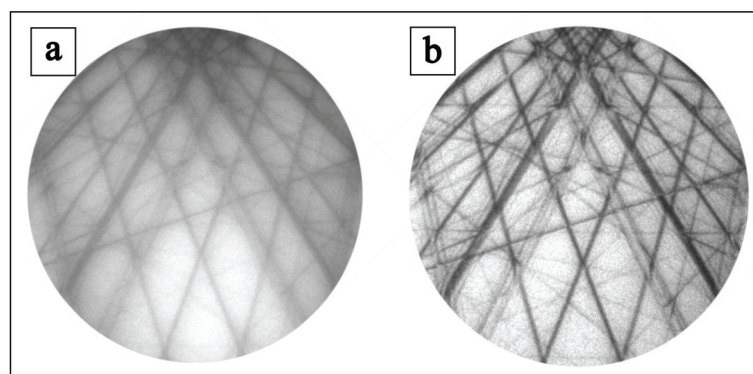


Abb. 2-12 Vergleich der CBED-Muster von [120 80 1] 4H-SiC (200kV Beschleunigungsspannung) bei Schichtdicke (> 300 nm), (a) Muster ohne Filter, (b) Gefiltertes Bild: Filterung maximale Energieabweichung: 40eV Aufnahmezeit je 8s

2.4. Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)

2.4.1. Allgemeines

Die durch schnelle Elektronen in der Probe erzeugte Röntgenstrahlung erlaubt es die chemische Zusammensetzung der Probe zu analysieren. Bei Kombination mit dem Scanning TEM (STEM) ist zusätzlich die örtliche Verteilung der gefundenen Elemente zu bestimmen.

Beim Durchgang des Elektronenstrahls durch die Probe wird ein Teil der Elektronen inelastisch gestreut (siehe Abb. 2.03, Kapitel 2.2.1.). Dabei geben diese Elektronen Energie durch Wechselwirkungen mit den Atomen des Festkörpers ab. Wird dabei ein Festkörperelektron aus einer tieferen Schale herausgestossen und durch Rekombination durch ein Elektron aus höheren Schalen ersetzt, so wird die dabei freiwerdende Energie in Form von charakteristischer Röntgenstrahlung (Linienspektrum) ausgesendet, Abb. 2-13. Das detektierte Röntgensignal ist dabei eine Überlagerung von Bremsstrahlung (Ablenkung des Elektrons im Coulomb-Potenzial des Atomkerns ohne direkte Stoßwechselwirkung mit den Elektronen bzw. dem Atomkern) und der charakteristischen elementspezifischen Röntgenstrahlung.

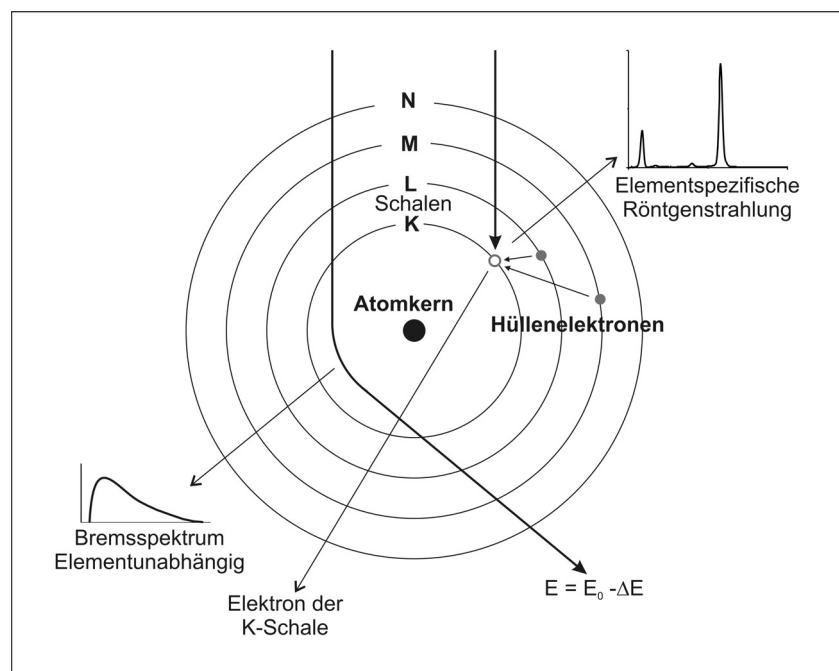


Abb. 2-13 Schema zur Entstehung der Röntgenstrahlung

Die Detektion und Analyse der Röntgenstrahlung kann zum einen durch Messung der Energie (EDX – Energiedispersive Röntgenspektroskopie) und zum anderen der Wellenlänge (WDX – Wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie) erfolgen. Der Vorteil von EDX liegt in der simultanen Messung der Spektren für alle Elemente im Untersuchungsbereich (Linien- oder Flächenscan) bei gleichzeitiger größerer Empfindlichkeit bei geringen Strahlströmen, da ein größerer Anteil der erzeugten Röntgenstrahlung detektiert wird. Dabei liegt die spektrale

Empfindlichkeit mit ca. 135 eV für EDX deutlich unter der von WDX von etwa 10 eV, wodurch Peaküberlappungen bei EDX häufiger auftreten als bei WDX [Wil96].

Im Detektor wird durch jedes Röntgenquant ein Elektron-Loch-Paar erzeugt, deren Energie proportional zur Energie des Röntgenquants ist. Durch die an den Kristall angelegte Spannung von etwa 1 kV wird erreicht, dass das Elektron-Loch-Paar nicht sofort wieder rekombiniert und die erzeugten Ladungen abgeführt und registriert werden können. Um eine optimale Zählrate der Röntgenquanten bei einer Messung zu erhalten, wird die Probe im TEM um 10-15° zum Detektor hin verkippt. Bei größeren oder kleineren Winkeln bezüglich des Detektors nimmt dagegen die Zählrate aufgrund der vorliegenden Probe-Detektor-Geometrie ab.

2.4.2. ALCHEMI

Mit ALCHEMI (Atomic Location by CHanneling Enhanced Microanalysis) ist die Bestimmung der wahrscheinlichsten Aufenthaltsorten von Fremdatomen innerhalb einer Einheitszelle mittels röntgenographischer Untersuchungen im TEM möglich. Cowley [Cow64] und Gjønnes und Højer [GjØ71] haben erstmals die Idee verfasst, den Elektronen-Channeling-Effekt (Bormann-Effekt [Bor41]) zur Bestimmung von Fremdatompositionen zu benutzen. Der hierbei ausgenutzte Channeling Effekt besteht darin, dass sich einfallenden Elektronen im Kristall entlang von „Kanälen“ ausbreiten, wenn die Kristallorientierung nahezu parallel zu den Netzebenen bzw. zu einer Kristallachse (planares bzw. axiales Channeling) ist. Das Akronym ALCHEMI wurde in einer Veröffentlichung von Spence und Taftø geprägt [Spe83]. Taftø [Taf82a], Taftø und Lilienthal [Taf82b] bzw. Taftø und Spence [Taf82c] benutzten als Erste diese Methode zur Bestimmung von Atompositionen der Kationen in $(\text{Cr, Fe, Al, Mg})_3\text{O}_4$ bzw. $\text{ZnCr}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ und von Eisenatomen in $(\text{Mg, Fe})_2\text{SiO}_4$ [Pri99].

Das Standardverfahren nach Spence und Taftø [Spe83] geht von streng lokalisierter Anregung der charakteristischen Röntgenstrahlung und planarem Channeling aus, d.h. es wird eine systematische Reihe von Atomen im Kristallgitter angeregt, Abb. 2-14. Um die Gitterplatzbesetzung von Fremdatomen bestimmen zu können, muss der Kristall in einer Orientierung einen Schichtaufbau zweier oder mehrerer Atomsorten (Kristallatome ● auf der Ebene A und Fremdatome ○ auf der Ebene A und/oder B) aufweisen und die Einstrahlrichtung der Elektronen muss parallel zu diesen Ebenen liegen.

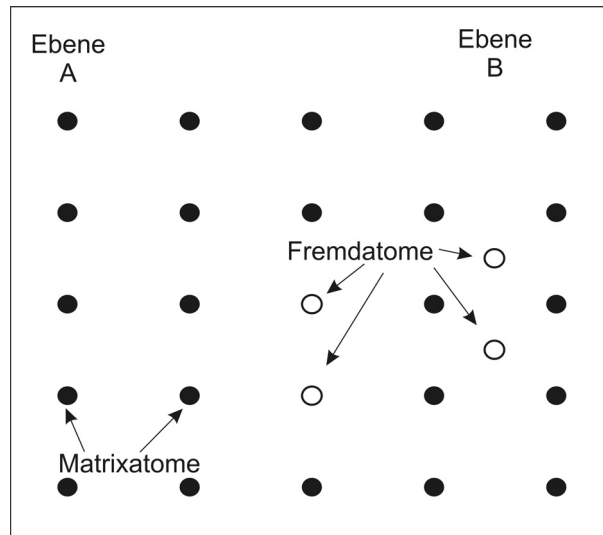


Abb. 2-14 Zur Verdeutlichung der Erklärungen zur ALCHEMI-Methode, Kristallgitter mit Fremdatomen auf verschiedenen Gitterpositionen

Die Grundidee der ALCHEMI-Methode ist folgende (siehe Abb. 2-14 und 2-15): Befinden sich Fremdatome z.B. auf der Ebene A (Säulen mit Gitteratomen), so ändert sich die Intensität der elektroneninduzierten, charakteristischen Röntgenstrahlung der Fremdatome bei Änderung der Einstrahlrichtung bzw. der Kristallorientierung, wie die Intensität der Kristallatome, da die elektroneninduzierte Stromdichte (Anregung von Blochwellen) auf beiden Positionen, aufgrund der gleich bleibenden Symmetrie des Gitters, gleich ist. Für die von den Atomen in der Ebene B (Säule zwischen den Gitterplätzen) stammende Röntgenintensität erwartet man aufgrund der unterschiedlichen Blochwellen-Anregung ein anderes Verhalten bei Änderung des Kippwinkels (siehe Abb. 2-15) [Pri99]. Durch die Aufnahme von EDX-Spektren bei verschiedenen Kippwinkeln um bestimmte Zonenachsen herum, lässt sich durch den Vergleich der Peakhöhen der Röntgenlinien für die Fremdatome bzw. Kristallatome mit dem theoretischen Verlauf der Anregungskurven von Blochwellen entlang der Kipprichtung der wahrscheinlichste Aufenthaltsort der Fremdatome bestimmen.

Aufgrund der starken Abhängigkeit von der Kristallorientierung bzw. dem Verkippen weg von Kristallachsen sind eine parallele Einstrahlung des Elektronenstrahls und eine optimale Probendicke von unter 100 nm Voraussetzungen für die Ausbildung von starken und reproduzierbaren Channeling-Bedingungen.

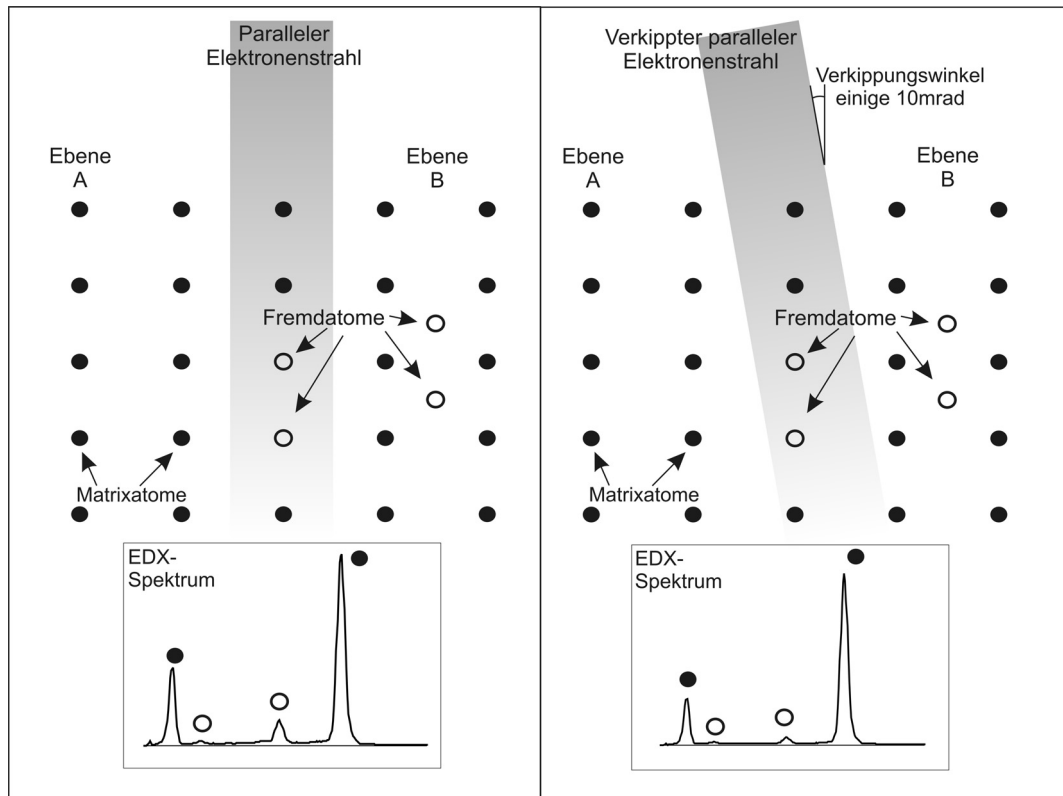


Abb. 2-15 Verfahrensweise bei der Bestimmung der Gitterplatzbesetzung mittels ALCHEMI: veränderte Bedingungen fürs Channeling durch den verkippten Elektronenstrahl, Matrixatome ●, Fremdatome ○

2.4.3. Anwendung der ALCHEMI

Die ALCHEMI-Methode fand des Weiteren in der Literatur Anwendung in der Gitterplatzbestimmung von Ca in BaTiO_2 [Cha84], Ge in 4H-SiC [Kai01], Cr, Fe und Re in NiAl [Fro04]. Außerdem wurden Tests hinsichtlich der Einflüsse von Kristallbaufehlern (z.B. Phasengrenzen [Jia99]) auf die Verwendbarkeit von ALCHEMI unternommen, die daraufhin deuteten, dass durch Defekte und starke Unregelmäßigkeiten des Kristalls die Anwendbarkeit von ALCHEMI stark eingeschränkt wird. Im Gegensatz zu den oben genannten Veröffentlichungen werden in dieser Arbeit niedrige Konzentrationen von Dotanden ($< 0,1 \text{ at\%}$) untersucht.

2.5. Simulationen

2.5.1. Allgemeines

Es gibt prinzipiell zwei Methoden zur Simulation von Beugungs- bzw. Hochauflösungsbildern. Das ist zum einen die Multislice-Methode [z.B. Kir98] und zum zweiten die auf dem Blochwellenalgorithmus basierende Simulation [Hir77, Tsu95, Zou98, Kai99].

Der Vorteil der Multislice-Methode liegt in der Möglichkeit sowohl perfekte, ungestörte Kristallmodelle wie auch gestörte d.h. defektreiche unsymmetrische Modelle in akzeptabler Zeit zu simulieren. Mittels molekulardynamischen Simulationen können gestörte Modelle relaxiert

und energetisch optimiert werden, womit ein realistischeres Modell für Dotierungen erzeugt wird [Bis04].

Dagegen ist es mit der volldynamischen Blochwellensimulation nur unter höchstem rechen-technischen und zeitlichen Aufwand möglich, Defektstrukturen bzw. sehr große Modelle zu berechnen. Dieser Algorithmus wird vorrangig bei der Simulation von perfekten Kristallen mit kleinen Modellgrößen basierend auf der Kristallsymmetrie angewendet.

2.5.2. Kinematische Simulation von Beugungsbildern

In der kinematischen Näherung berücksichtigt man zur Berechnung nur Einfach-Streuung des Elektronenstrahls in der Probe (entspricht einer sehr dünnen realen Probe) und die Linienposition wird durch das Braggsche Gesetz (Kapitel 2.2.1.) bestimmt. Die qualitative Berechnung der Intensitäten der Beugungsreflexe ist in der kinematischen Theorie aufgrund der Vernachlässigung von Mehrfachstreuungen in der kinematischen Beugungstheorie nur für eine sehr dünne Probe möglich [Rei93]. Zusätzlich werden thermische Effekte wie Gitterschwingungen und die daraus resultierende thermisch diffuse Streuung vernachlässigt.

Die Eingabeparameter beschränken sich auf die Angabe des Bravais-Gittertyps, der Gitterkonstanten, der Beschleunigungsspannung, der Richtung des einfallenden Elektronenstrahls [uvw] und der Größe des abzubildenden Bereichs. Der dabei zu simulierende Kristall hat einen idealen Aufbau ohne Defekte. [Uye65, Hir77, Wil96]

Die (schnelle) kinematische Simulation wird nur zur ersten groben Identifizierung der Linien verwendet.

2.5.3. Molekulardynamische Simulation (MD) von relaxierten Modellen

Bei Molekulardynamischen Simulationen (MD) werden die klassischen Newtonschen Bewegungsgleichungen für ein N-Teilchensystem gelöst, wobei man für alle Teilchen die jeweiligen Parameter der Bewegung, wie Ort und Geschwindigkeit, erhält. Die MD ermöglicht die Betrachtung von Entwicklungen von Teilchensystemen auf sehr kleiner Zeitskala (Piko- bis Nanosekunden) wie Kristallwachstum, Ober- bzw. Grenzflächenneuordnung und -rekonstruktion sowie die Relaxation von Strukturen und Gitterdefekten. Dabei werden basierend auf dem gegebenen Kristallpotenzial, d.h. den Wechselwirkungen der Atome untereinander und den Startparametern wie Ort und Geschwindigkeit die zukünftigen Positionen und Geschwindigkeiten der Teilchen (im Allgemeinen: Atome) berechnet. Das Ausgangsmodell ist hierbei eine zumeist kubische bzw. orthorhombische Superzelle bestehend aus mehreren Einheitszellen pro Richtung von bis zu einigen 10 nm Kantenlänge. Das für diese Berechnungen

zugrunde gelegte, empirische Potenzial ist das Tersoff-Potenzial [Ter89]. Damit wird die Kraft \vec{F}_i auf jedes Atom i berechnet:

$$\vec{F}_i = -\frac{\partial U}{\partial \vec{r}_i} = -\text{grad}_i U \quad (8)$$

Bei bekannter Masse m_i des Atoms i erhält man durch das 2. Newtonsche Axiom die Beschleunigung des Atoms \vec{a}_i .

$$\vec{a}_i = \frac{\vec{F}_i}{m_i} \quad (9)$$

Die Geschwindigkeit \vec{v}_i des Atoms i lässt sich durch Differentiation des Ortes \vec{r}_i bzw. durch Integration aus der Beschleunigung \vec{a}_i bzw. bestimmen:

$$\vec{v}_i(t) = \frac{d\vec{r}_i}{dt} \quad \vec{v}_i(t) = \int_{t_1}^{t_2} \vec{a} dt \quad (10)$$

Da bei der Berechnung nur diskrete Zeitintervalle in der Größenordnung Femto- bis Pikosekunden betrachtet werden, bestimmten sich Ort und Geschwindigkeit eines Atoms zum Zeitpunkt Δt iterativ durch die Bedingungen für den Ort und die Geschwindigkeit zum Zeitpunkt $t_0 = 0$ unter zu Hilfenahme von Termen maximal 2. Ordnung des Verlet-Algorithmus [Ver67] zu:

$$\vec{r}_i(\Delta t) = \vec{r}_i(t_0) + \vec{v}_i(\Delta t) + \left(\frac{\Delta t}{2}\right)^2 \vec{a}_i(t_0) \quad (11)$$

Nun lassen sich die neuen Beschleunigungswerte \vec{a}_i und daraus die Geschwindigkeitswerte \vec{v}_i aus dem Potenzial und den neuen Ortskoordinaten durch obige Gleichungen bestimmen:

$$\vec{v}_i(\Delta t) = \vec{v}_i(t_0) + \frac{\Delta t}{2} (\vec{a}_i(t_0) + \vec{a}_i(\Delta t)) \quad (12)$$

Damit hat man einen neuen Satz von Ortskoordinaten und Geschwindigkeiten vorliegen und kann mit diesen nun ein weiteres Zeitintervall berechnen. Dies kann beliebig oft wiederholt werden. Üblicherweise werden in der Praxis 10^4 - 10^8 Zeitschritte á 10^{-15} s verwendet [Bis04]. Aufgrund der sehr stark ansteigenden Anzahl von zu berechnenden Wechselwirkungsprozessen bei Verwendung von größeren Modellen mit mehr als 10^6 Atomen, werden in dieser Arbeit nur 2000 Zeitschritte á 10^{-12} s verwendet.

Falls die daraufhin folgende Multislice-Simulation eine höhere Simulationsdicke erfordert, als das Kristallmodell aufweist, so muss zumindest in z-Richtung mit periodischen Randbedingungen gerechnet werden. Das bedeutet, dass in dieser Richtung die Randatome der einen Seite als Nachbaratome der Randatome der gegenüberliegenden Seite anzusehen sind. Atome, die aufgrund ihrer durch die Relaxation gewonnenen kinetischen Energie das Modell in dieser Richtung verlassen würden, treten auf der gegenüberliegenden Seite wieder in das Modell ein. Damit hat das Modell in diesen Richtungen eine konstante Größe, die sich durch die Relaxation nicht verändert. In Abb. 2-16 ist ein Beispiel für eine solche Relaxation mit periodischen Randbedingungen und einem zusätzlich in die Matrix auf einen Zwischengitterplatz eingebrachten Fremdatom dargestellt. Die Neuordnung der Atome (in der bis auf das eine Fremdatom dotierungsfreien Matrix) ist bedingt durch die begrenzte Genauigkeit der Atomposition bzw. der Parameter des empirischen Tersoff-Potenzials und der Genauigkeit der Berechnung (begrenzte Anzahl von Nachkommastellen).

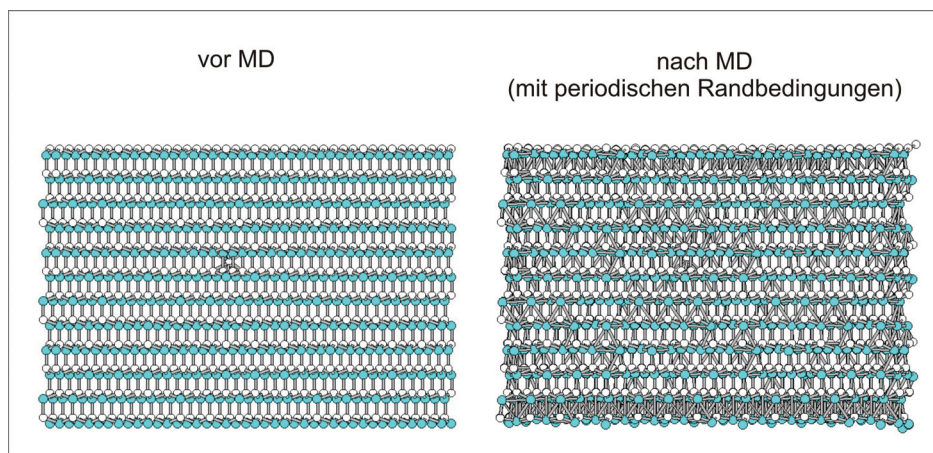


Abb. 2-16 Beispiel für eine MD-Relaxation mit periodischen Randbedingungen anhand eines kleineren Modells (3000 Atome) inklusive eines Fremdatoms. Eine deutliche Neuordnung der Atome ist zu erkennen.

2.5.4. Dynamische Simulation von Beugungsbildern

2.5.4.1. Blochwellen-Algorithmus

Die dynamische Simulation berücksichtigt im Gegensatz zur kinematischen Simulation die Mehrfachstreuung des Elektronenstrahls und die Wechselwirkung zwischen den einfallenden und gebeugten Wellen.

Ausgehend von der zeitunabhängigen Schrödingergleichung:

$$\Delta\psi(\vec{r}) + \frac{8\pi^2 me}{h^2} (U + V(\vec{r}))\psi(\vec{r}) = 0 \quad (13)$$

mit U – Beschleunigungsspannung der Elektronen [V] und $V(\vec{r})$ – Kristallpotenzial [V] benutzt man das Blochtheorem, welches besagt, dass die Elektronenwellenfunktion $\psi(\vec{r})$, auch Blochwelle genannt, mit

$$\psi(\vec{r}) = b(\vec{k}, \vec{r}) \cdot e^{-2\pi i \vec{k} \vec{r}} \quad (14)$$

(Teillösungen der Schrödingergleichung) innerhalb eines periodischen Kristallpotenzials (ausgedrückt durch $b(\vec{k}, \vec{r})$) ebenfalls periodisch sind. Aufgrund dieser Periodizität kann $b(\vec{k}, \vec{r})$ in eine Fourierreihe in \vec{g} (Translationsvektor im reziproken Raum) entwickelt werden.

$$b(\vec{k}, \vec{r}) = \sum_{\vec{g}} c_{\vec{g}}(\vec{k}) \cdot e^{-2\pi i \vec{g} \vec{r}} \quad (15)$$

Damit ergibt sich für die Elektronenwellenfunktion:

$$\psi(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} c_{\vec{g}}(\vec{k}) \cdot e^{-2\pi i (\vec{k} + \vec{g}) \vec{r}} \quad (16)$$

Die allgemeine Lösung der Schrödingergleichung bestimmt sich aus der Linearkombination aus diesen

$$\psi(\vec{r}) = \sum_j \varepsilon^{(j)} \sum_{\vec{g}} c_{\vec{g}}^{(j)} \cdot e^{-2\pi i (\vec{k}_h^{(j)} + \vec{g}) \vec{r}} \quad (17)$$

$\varepsilon^{(j)}$ – Anregungsamplitude der j-ten Blochwelle; $c_{\vec{g}}^{(j)}$ – Fourierkoeffizient der j-ten Blochwelle

Das Potenzial lässt sich beschreiben gemäß: $V(\vec{r}) = V_0 + \sum_{\vec{g}} V_{\vec{g}} \cdot e^{-2\pi i \vec{g} \vec{r}}$

Des Weiteren wird das periodische Kristallpotenzial $V(\vec{r})$ durch eine Funktion $E(\vec{r})$ ersetzt, die die Brechung der einfallenden Elektronenwellen durch das Kristallpotenzial berücksichtigt und folgendermaßen definiert wird:

$$E(\vec{r}) = \frac{2me}{h^2} V(\vec{r}) \quad (18)$$

Einsetzen in die Schrödingergleichung ergibt (mit k_0 Wellenvektor innerhalb des Mediums):

$$\left[\nabla^2 + 4\pi^2 k_0^2 \right] \psi(\vec{r}) = -4\pi^2 U(\vec{r}) \psi(\vec{r}) \quad (19)$$

$$k_0 = \frac{\sqrt{2me(U + V_0)}}{h} = \frac{\sqrt{2meU \left(1 + \frac{V_0}{U} \right)}}{h}$$

Da in einem Elektronenmikroskop die Beschleunigungsspannung U um einige Zehnerpotenzen größer ist als das innere Potenzial V_0 des Kristalls (10^5 V für U im Vergleich dazu etwa 10 V für V_0), kann V_0 vernachlässigt werden (Näherung für hohe Energie, K - Wellenvektor im Vakuum ($V_0 = 0$)):

$$k_0 \cong \frac{\sqrt{2meU}}{h} \left[1 + \frac{V_0}{2U} \right] = K \left[1 + \frac{V_0}{2U} \right] \quad (20)$$

Setzt man die Gleichungen 14, 15 und 18 in die Gleichung 19 ein, so erhält man die sogenannten säkularen Gleichungen, die eine exakte Teillösung der Schrödingergleichung bilden:

$$[k_0 - (\vec{k}^{(j)} + \vec{g})^2] c_{\vec{g}}^{(j)} + \sum_{\vec{l} \neq 0} E_{\vec{l}} c_{\vec{g}-\vec{l}}^{(j)} = 0 \quad (21)$$

bzw. in Matixschreibweise:

$$\sum_{\vec{g}} \{ (1 - \delta_{\vec{g}\vec{l}}) E_{\vec{g}-\vec{l}} + \delta_{\vec{g}\vec{l}} [k_0 - (\vec{k}^{(j)} + \vec{g})^2] \} c_{\vec{g}}^{(j)} = 0 \quad (22)$$

Für beispielsweise 4 Reflexionen $-\vec{g}$, 0 , \vec{g} , $2\vec{g}$ sieht Gleichung 22 folgendermaßen aus:

$$\begin{bmatrix} a_{-\vec{g}} & E_{-\vec{g}} & E_{-2\vec{g}} & E_{-3\vec{g}} \\ E_{\vec{g}} & a_0 & E_{-\vec{g}} & E_{-2\vec{g}} \\ E_{2\vec{g}} & E_{\vec{g}} & a_{\vec{g}} & E_{-\vec{g}} \\ E_{3\vec{g}} & E_{2\vec{g}} & E_{\vec{g}} & a_{2\vec{g}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c_{-\vec{g}}^{(j)} \\ c_0^{(j)} \\ c_{\vec{g}}^{(j)} \\ c_{2\vec{g}}^{(j)} \end{bmatrix} = [M] \begin{bmatrix} c_{-\vec{g}}^{(j)} \\ c_0^{(j)} \\ c_{\vec{g}}^{(j)} \\ c_{2\vec{g}}^{(j)} \end{bmatrix} = 0 \quad (23)$$

mit

$$a_{\vec{g}} = k_0^2 - |\vec{k}^{(j)} + \vec{g}|^2$$

als Abstand eines reziproken Gitterpunktes von der Ewaldkugel.

Gleichung 21 bzw. 22 sind Eigenwertgleichungen, die numerisch gelöst werden können. Insbesondere zeigt Gleichung 21 einen Zusammenhang zwischen der Bestimmung der Gitterkonstante, die in dem reziproken Gittervektor \vec{g} enthalten ist und der Beschleunigungsspannung, in k_0 , weshalb Beschleunigungsspannungs- und Gitterkonstantenbestimmung nach dem gleichen Algorithmus durchgeführt werden können. Ist die Beschleunigungsspannung exakt bekannt, kann man die Gitterkonstante bestimmen. Ist die Gitterkonstante exakt bekannt, kann die Beschleunigungsspannung bestimmt werden.

Für den Fall, dass man nur zwei Stahlen, den transmittierten ungebeugten und einen gebeugten Strahl, betrachtet, lässt sich eine analytische Lösung der Schrödingergleichung angeben, Abb. 2-17.

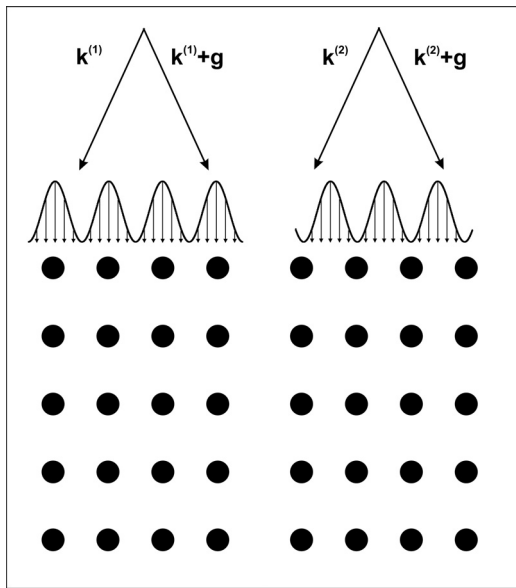


Abb. 2-17 Die zwei möglichen Blochzustände im Zwei-Strahl-Fall, Intensitätsmaximum am Ort der Atome (links) oder dazwischen (rechts) [Wil96]

Diese besteht aus nur zwei möglichen Blochzuständen, die besetzt werden können. Dabei kann sich das Intensitätsmaximum der Blochwelle entweder an den Positionen der Atome oder genau dazwischen befinden. Das hat zur Folge, dass die Blochwelle im ersten Fall viel stärker mit dem Potenzial interagieren kann als im zweiten. Diese Situation ist in Abb. 2-17 veranschaulicht ($k^{(1,2)}$ ist der einfallende Strahl, $k^{(1,2)} + g$ der gebeugte Strahl).

2.5.4.2. Einfluss der dynamischen Wechselwirkung auf die Position von HOLZ-Linien

Bestimmt man die Position einer Linie in kinematischen und dynamischen Simulationen relativ zu den anderen, so stellt man Abweichungen fest, die sich aus der Mehrfachbeugung der Elektronen im Kristallgitter bzw. am Kristallpotenzial des Kristallgitters ergeben (dynamische Wechselwirkung von HOLZ-Linien). Nach der kinematischen Theorie lassen sich alle erlaubten Reflexe durch die Ewaldkonstruktion, Abb. 2-9, erklären bzw. bestimmen. Da bei der dynamischen Theorie der Wellenvektor des gebeugten Strahls der einfallende Strahl für das folgende Beugungsereignis ist, kommt es zur Überlagerung der beiden Ewaldkugeln (Abb. 2-18) und es bilden sich Dispersionsflächen γ_1 und γ_2 aus, die eine Verschiebung der HOLZ-Linie hervorrufen (Abb. 2-19).

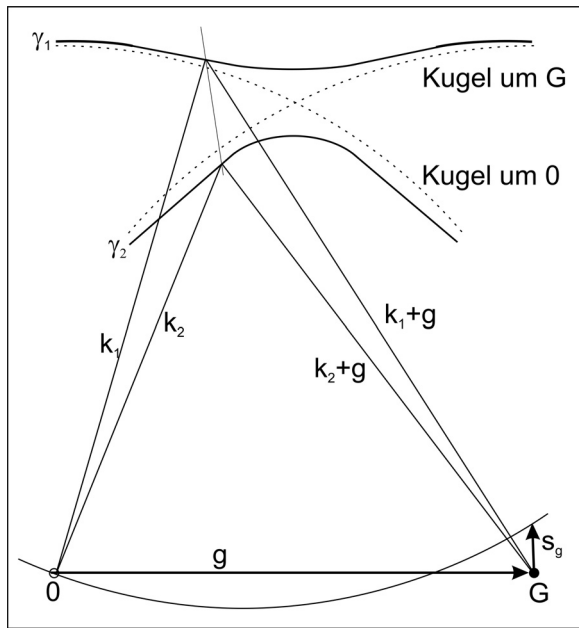


Abb. 2-18 Dispersionsfläche im Zweistrahlfall. Durch dynamische Wechselwirkung bilden sich zwei Bänder γ_1 und γ_2 aus, wobei zwei Blochwellen im Kristall entstehen, s_g = Anregungsfehler [Rei93]

Anhand des Zweistrahlfalls wird im Folgenden die Ausbildung von Dispersionsflächen erläutert. Im Zweistrahlfall ist die Probe so orientiert, dass nur zwei Wellen, Eingangswelle und eine gebeugte Welle, angeregt sind und in die Richtungen \vec{k} und $\vec{k} + \vec{g}$ propagieren (siehe Abb. 2-18). Die Dispersionsgleichung lautet [Rei93]:

$$\begin{pmatrix} -2k_n \gamma & E_{-g} \\ E_g & 2ks_g - 2k_n \gamma \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c_0 \\ c_g \end{pmatrix} = 0 \quad (24)$$

Dies ist eine quadratische Gleichung für die Eigenwerte γ_i , welche sich nach folgender Gleichung bestimmen lassen [Rei93]:

$$\gamma_{1,2} = \frac{ks_g}{2k_n} \pm \frac{\sqrt{(ks_g)^2 + |E_g|^2}}{2k_n} \quad (25)$$

Abb. 2-19 veranschaulicht diesen Zusammenhang für den Fall einer Zonenachse mit zwei reziproken Gittervektoren der ZOLZ. Diese Aufspaltung tritt nur auf, weil die Fourierkomponenten des Kristallpotenzials E_g ungleich Null sind (Gleichung 25). Im rein kinematischen Fall ist $E_g = 0$ und es entstehen keine zwei Dispersionsflächen.

An der Bragg-Position der Reflexe $\pm g$ spaltet die Dispersionsfläche sehr stark auf und nähert sich mit zunehmender Abweichung von der Bragg-Position den kinematischen Bedingungen, d.h. geringere Aufspaltung der Flächen, an [Krä01, Rei93].

Diese Aufspaltung ist analog zur Ausbildung von Energiebandlücken in Halbleitern zu verstehen.

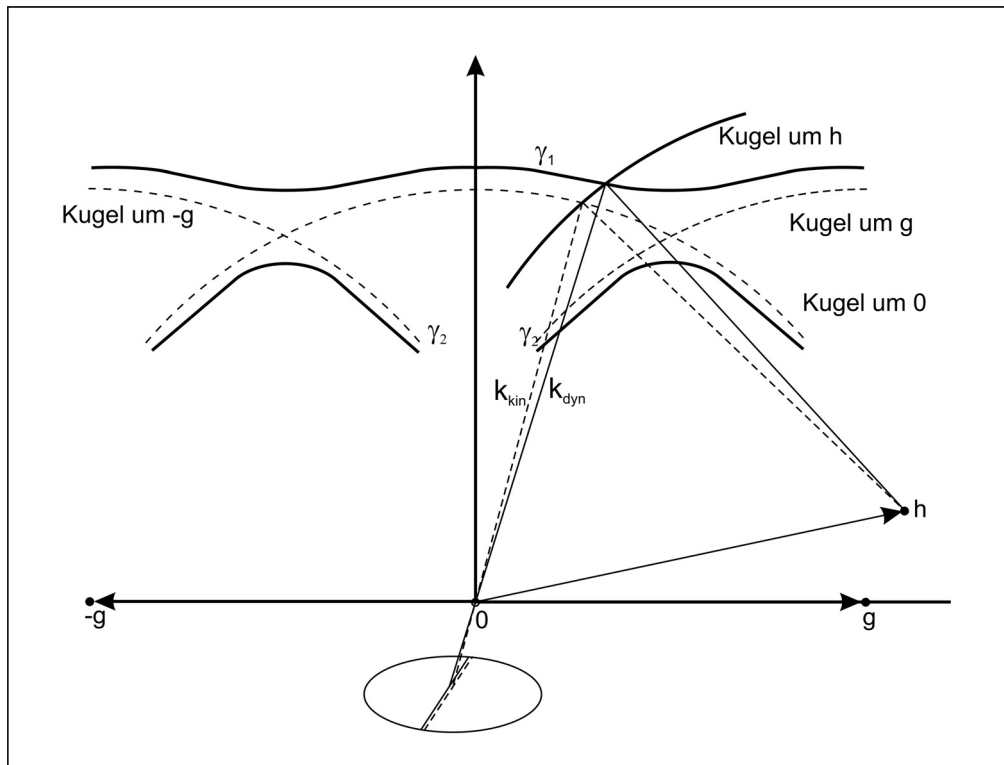


Abb. 2-19 Einfluss der Dispersionsfläche auf die Position von HOLZ-Linien [Rei93]

Die dynamische Verschiebung von Linien wird häufig bei den kinematischen Simulationen durch die Zuhilfenahme einer (höheren) „Effektiven Beschleunigungsspannung“ annähernd kompensiert [Zou91, Zho93, Krä99, Arm05].

2.5.4.3. Multislice-Algorithmus

Bei der Multislice Methode [Cow57], [Goo74] wird der Kristall senkrecht zum Elektronenstrahl in n Scheibchen der Dicke Δz geschnitten. Innerhalb dieser Scheibchen wird das dreidimensionale Kristallpotenzial, d.h. die Atome, auf eine gemeinsame Ebene projiziert und an diesem projizierten zweidimensionalen Potenzial der einfallende Elektronenstrahl einfachgebeugt (kinematisch). Die Ausbreitung der gebeugten Elektronenwelle über die Scheibchendicke Δz bis zum nächsten Scheibchen wird durch den Propagator P_{n+1} zwischen zwei Scheibchen n und $n+1$ beschrieben. Der gebeugte Strahl, also die Austrittswelle des ersten Scheibchens, ist nun nach der Propagation die Eintrittswelle des zweiten Scheibchens, wo nun ebenfalls die Eingangswelle gebeugt wird und so weiter bis zum letzten n -ten Scheibchen. Somit wird eine dynamische Simulation durch die Aneinanderreihung von kinematischen Einzelberechnungen angenähert, Abb. 2-20.

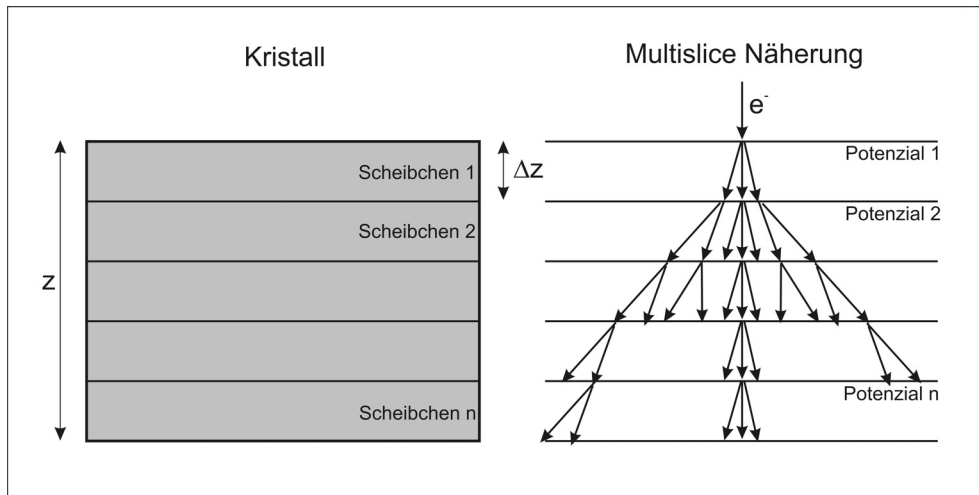


Abb. 2-20 Veranschaulichung der Multislice Näherung

In der mathematischen Beschreibung wird die Beugung und die Propagation als Fresnel-Näherung der Rayleigh-Sommerfeld-Beugung im Vakuum beschrieben, bei der das Objekt entsprechend dem Huygenschen Prinzip als Ursprung von Kugelwellen dargestellt wird [Sta87, Kir98]. Dabei wird das Huygens-Fresnel-Prinzip angewendet mit der Annahme, dass die Operatoren für Transmission und Propagation kommutativ verwendet werden können.

Der Transmissionsoperator $q(\vec{r})$, der in der Literatur auch als Phasegrating bezeichnet wird ([Cow57], [Sta87]), ist die Anwendung der Phasenverschiebung hervorgerufen durch eine Atomlage, bzw. dem 2D-Potenzial U_p des projizierten 3D-Potenzials U auf die einfallende Elektronenwelle. Dabei wird dieses projizierte Potenzial als reines Phasenobjekt [Rei93, Wil96] angesehen, d.h. die Amplitude der komplexen Eingangswelle wird durch die Streuung nicht verändert. Der Transmissionsoperator $q(\vec{r})$ lässt sich wie folgt darstellen [z.B. Wil96]:

$$q(\vec{r}) = e^{-i\sigma U_p \Delta z} \quad (26)$$

mit σ Wechselwirkungskonstante.

Der Operator der Propagation $p(\vec{r})$ als Funktion der Phasenverschiebung berechnet sich zu:

$$p(\vec{r}) = e^{\frac{2i\pi k_0}{\Delta z} (x^2 + y^2)} \quad (27)$$

Damit lässt sich die Wellenfunktion ψ_n nach n Scheibchen, ausgehend von der Wellenfunktion nach $(n-1)$ Scheibchen ψ_{n-1} , wie folgt berechnen mit $q_n(\vec{r})$: Transmission durch das n -te Scheibchen und $p_n(\vec{r})$ Propagator zwischen den Scheibchen $n-1$ und n

$$\psi_n(\vec{r}) = \psi_{n-1}(\vec{r}) q_n(\vec{r}) \otimes p_n(\vec{r}) \quad (28)$$

Um die gesamte Dicke z zu berechnen, wird nun die Berechnung nach Gleichung 28 iterativ fortgesetzt, bis alle Scheibchen durchgerechnet wurden. Für den Fall, dass die Modelldicke nicht der zu simulierenden Dicke des Kristalls entspricht, wird das Modell wiederholt durchgerechnet, bis die Enddicke erreicht ist. Das erfordert besondere Einstellungen bei den vorangehenden molekulardynamischen Simulationen hinsichtlich der periodischen Randbedingungen. Die resultierende Austrittswellenfunktion ψ_n lässt man danach mit den Mikroskopparametern (Linsenfehler, Defocus) interagieren und man erhält die endgültige Austrittswellenfunktion der Simulation.

2.6. Verfahren zur Gitterkonstantenbestimmung

Wie in Kapitel 2.3.3. gezeigt, reagieren die HOLZ-Linien sehr sensibel auf Änderungen der Gitterkonstante (oder Beschleunigungsspannung), weswegen sie sich auch sehr gut für eine sehr genaue Bestimmung der Gitterkonstante ($\Delta a/a < 10^{-4}$) verwenden lassen. Eine Bestimmung der Gitterkonstante erfolgt dabei durch den Vergleich der experimentellen mit den simulierten CBED Mustern. Um diesen Vergleich durchzuführen bzw. zu quantifizieren, wurden bisher verschiedene Methoden angewendet. Zou et. al. [Zou98] schlugen eine Methode vor, das gesamte CBED-Muster mittels Kreuzkorrelation anzufitten. Die dabei erzielte Genauigkeit lag bei Testproben (4H-SiC, Cu₂O) bei etwa $\Delta a/a = 5 \times 10^{-3}$. Auch andere Methoden, die nicht das gesamte CBED-Muster sondern nur ausgewählte Bereiche anfitten, wurden verwendet.

Dazu gehört die Bestimmung der:

- Verhältnis der Flächen von Dreiecken gebildet durch HOLZ-Linien [Roz93, Wit98],
- Verhältnis der Abstände von Schnittpunkten von HOLZ-Linien [Krä00, Krä99, Kai99],
- Abstände von Schnittpunkten von HOLZ-Linien [Wak97, Yon00].

Die Bestimmung der Gitterkonstante bei den Methoden, denen eine Abstandsmessung bzw. einer Verhältnisbildung, wie in dieser Arbeit zugrunde liegt, verläuft folgendermaßen:

Durch die Simulation von CBED-Mustern auf der Basis von kinematischen (unter Berücksichtigung der effektiver Beschleunigungsspannung) oder dynamischen Berechnungsalgorithmen mit leicht unterschiedlichen Gitterkonstanten ($\Delta a/a = 10^{-3}$) und dem Ausmessen von ausgesuchten Verhältnissen bzw. Strecken erhält man eine theoretische Kurve über die Änderung dieser Verhältnisse bzw. der Strecken bei Gitterkonstantenänderung (siehe Abb. 2-21).

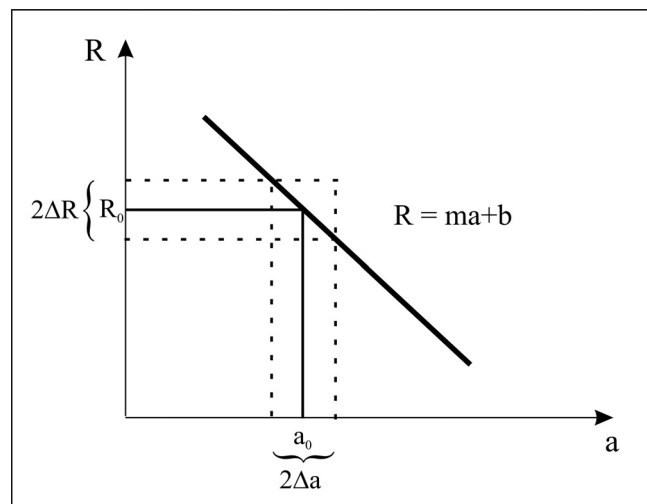


Abb. 2-21: Linearer Zusammenhang zwischen der Gitterkonstante a und dem Verhältnis (oder der Strecke) R

Da zwischen der Gitterkonstante und der Linienposition ein linearer Zusammenhang ($R = m \cdot a + b$) besteht, ergibt sich aus den Simulationen je nach gewähltem Verhältnis R eine monoton wachsende oder fallende Gerade. Vergleicht man nun das Ergebnis der experimentellen Muster für das benutzte Verhältnis R_0 mit dieser Simulationsgeraden, so erhält man den Wert der Gitterkonstante mit entsprechendem geometrischen (d.h. allein aus den Schnittpunkten und –winkeln der zum Verhältnis bzw. zur Strecke betragenden HOLZ-Linien bestimmten) Fehler. Die dabei erreichte Genauigkeit lag bei $\Delta a/a < 5 \times 10^{-4}$ [Kai99].

Im Allgemeinen wird auf diese Art und Weise nur ein Parameter (z.B. nur die a -Gitterkonstante oder nur ein Gitterwinkel bzw. nur die zum Zeitpunkt des Experiments exakte Beschleunigungsspannung des Mikroskops) bestimmt. Unter bestimmten Voraussetzungen hinsichtlich der verwendeten Zonenachse und der darin vorhandenen HOLZ-Linien (mehrere parallele Linien) ist es möglich, alle sechs Gitterkonstanten ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$) mit einer Genauigkeit von bis zu 1×10^{-4} zu bestimmen [Aka04]

3. Verwendete experimentelle Methoden und Techniken

3.1. Probenherstellung und -spezifikationen

Die in dieser Arbeit verwendeten Substrate bzw. Proben wurden von Kollegen von verschiedenen Instituten (Univ. Pittsburgh, FSU Jena, IKZ Berlin, TU Ilmenau) zur Verfügung und Verwendung gestellt.

Die Einbringung von Fremdatomen in 4H-SiC (n-type (0001) Epi-4H-SiC, J. Choyke, Pittsburgh) erfolgte durch zwei verschiedene Verfahren: Ionenimplantation von Donatoren oder Akzeptoren und Einbringung während des CVD-Wachstums von dünnen 4H-SiC Schichten.

Es wurden Hochtemperatur-Ionenimplantationen bei 700°C von p-Dotanden (Al) und n-Dotanden (P) durchgeführt. Zur Implantation wurde der Beschleuniger „Romeo“ des Instituts für Festkörperphysik der Friedrich Schiller Universität Jena verwendet. Die benötigten Energien wurden anhand von TRIM-Berechnungen dergestalt gewählt, so dass sich das Konzentrationsmaximum der Dotieratome in einer Probentiefe von etwa 150-200 nm befindet [Sch02b]. Die Konzentrationen der Dotieratome betragen $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ und $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ bei einer Implantationsenergie von 160 keV, welches einem Konzentrationsmaximum in einer Tiefe von 200 nm für Al-Dotanden und von 160 nm für P-Dotanden in 4H-SiC entspricht (Tabelle 3-01). Weiterhin wurde jede implantierte Probe zwei Minuten bei 1600°C und 0,2 bar Argon Atmosphäre im Rapid-Thermal-Annealing-Verfahren (RTA) getempert.

Die hoch dotierte Implantation von Ge in 4H-SiC wurde hingegen im Forschungszentrum Rossendorf durch Mehrfachimplantationen von drei verschiedenen Konzentrationen bei drei Implantationsenergien (Boxprofil) bei einer Substrattemperatur von 600°C hergestellt (siehe Tabelle 3-01). Das Konzentrationsmaximum lag dabei bei der Implantation mit der höchsten Energie von 200 keV bei etwa 85 nm. Anschließend wurde die Probe bei 1300°C eine Minute lang im RTA-Verfahren getempert.

Alternativ wurde 4H-SiC epitaktisch mittels „hot-wall“-CVD überwachsen. Während des Wachstumsprozesses wurde mittels Trimethylaluminium Aluminium in die Wachstumschicht mit eingelagert. Die dotierte Schicht hat eine Dicke von 5 μm , so dass etwa der gesamte im TEM zu untersuchende Bereich mit Al dotiert ist. Dabei wurden Silan (2% verdünnt mit H_2) und Propan (5% verdünnt in H_2) als Prozessgas und Wasserstoff als Trägergas verwendet. Typische Parameter sind [Wag01, Wag02]:

- Silan Fluss: 450sccm
- Propan Fluss: 100sccm
- Arbeitstemperatur: 1500-1600°C
- Arbeitsdruck: 10^4 Pa

Mit dieser Methode kann erreicht werden, dass die Dotieratome auch für höhere Konzentrationen gleichmäßig im Kristall verteilt sind und perfekt in das Kristallgitter eingebaut werden, ohne dass das Gitter gestört wird. Die Präparation dieser dotierten Proben erfolgte mit einem CVD System der Firma EPIGREE AB am Institut für Kristallzüchtung Berlin.

In Tabelle 3-01 sind die einzelnen Parameter der Proben für die unterschiedlichen Herstellungsverfahren dargestellt:

	ex-situ (Ionenimplantation)			in-situ (CVD Abscheidung)	
Dotier-element	Konzentration [cm ⁻³]	Energie	Implantations-maximum	Konzentration [cm ⁻³]	Schicht-dicke
Al	5*10 ¹⁹	160keV	200 nm	7,0*10 ¹⁷ 9,0*10 ¹⁹ 1,2*10 ²⁰ 2,0*10 ²⁰	5µm
P	1*10 ¹⁹ 5*10 ¹⁹	160keV	160 nm		
Ge	1,2*10 ²¹ 2,4*10 ²¹ 6,0*10 ²¹	30keV 85keV 200keV	25 nm 50 nm 85 nm		

Tabelle 3-01 Implantations- und Wachstumsparameter der 4H-SiC Proben

3.2. TEM-Probenpräparation

Damit eine Untersuchung im TEM stattfinden kann, müssen die Proben elektronentransparent und artefaktfrei sein [Car85, And90, Bar92], wofür eine maximale Probendicke von 100 nm für Standarduntersuchungen und von etwa 20 nm für Untersuchungen in Hochauflösung erforderlich ist. Um die durch die Implantation hervorgerufenen Effekte (Implantationsschäden, Eindringtiefe, Defekte) untersuchen zu können, werden die Proben mit Standardpräparationstechniken im Querschnitt präpariert [Rad96]. Dieses Verfahren ist schematisch in Abb. 3-01 dargestellt.

Dabei wird der zu untersuchenden SiC-Wafer in kleine Stücke von jeweils ca. 1,5 mm x 0,4 mm x 0,6 mm geschnitten (Abb. 3-01a-b) und mit den Oberflächen zueinander in ein Ti-tannetz unter zu Hilfenahme eines Zwei-Komponenten-Klebers auf Epoxyd-Harz-Basis zusammengeklebt, Abb. 3-01c. Daraufhin wird die Probe nun von beiden Seiten mechanisch geschliffen und poliert und mit einer Mulde (Gatan Dimple Grinder™) versehen. Der Querschnitt durch solch eine Probe ist in Abb. 3-01d schematisch dargestellt. Hat die TEM-Probe eine Restdicke von < 5 µm, so wird die Elektronentransparenz durch anschließendes beidseitiges Ätzen mit Argon Ionen (Beschleunigungsspannung zwischen 3-10 kV) unter einem

Winkel von $\leq 7^\circ$ bis zur Lochentstehung (Optimum: sehr kleine Löcher $\leq 0,1$ mm) erreicht (siehe Abb. 3-01e-f). An den Rändern des so gebildeten Loches ist die Elektronentransparenz gewährleistet und TEM-Untersuchungen können dort durchgeführt werden.

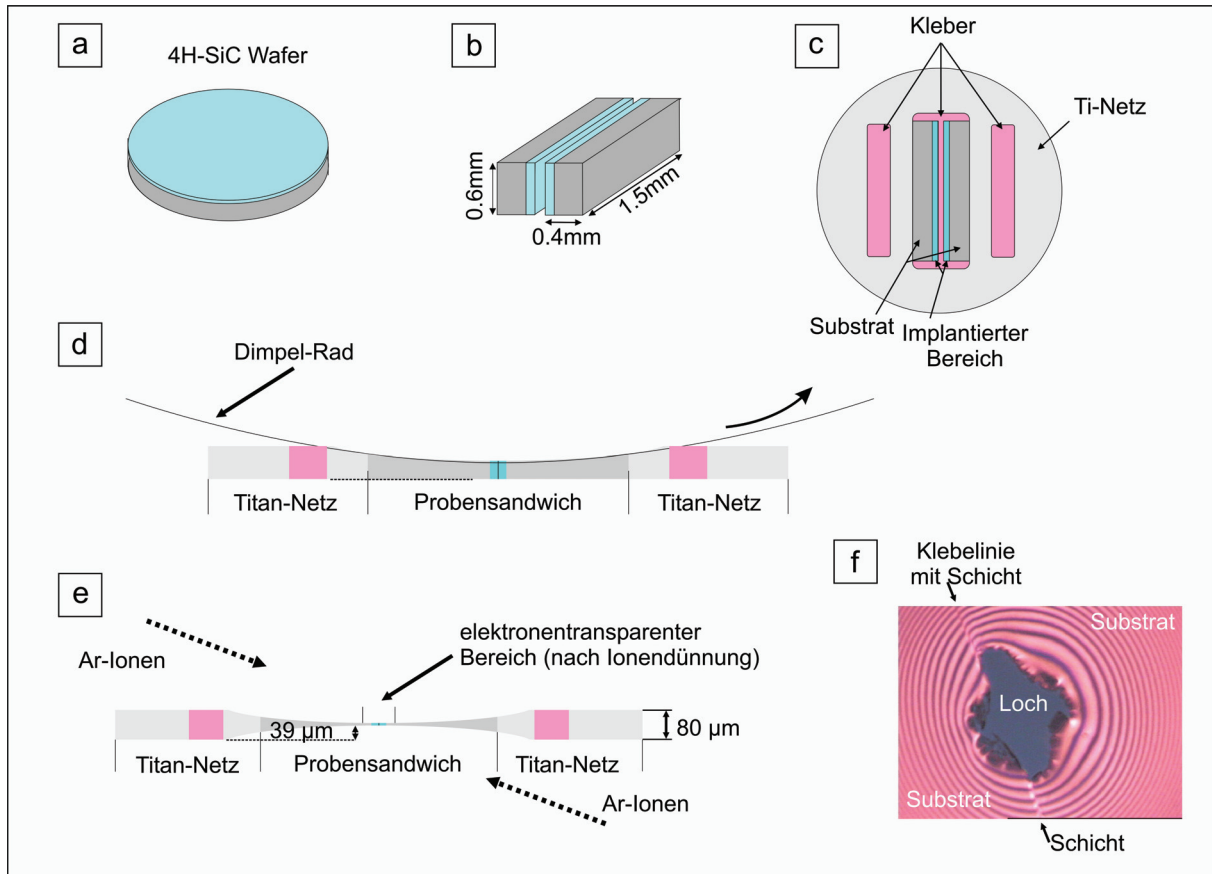


Abb. 3-01 Schemata zur TEM-Querschnittspräparation (a) Ausgangswafer, (b) zurechtgeschnitten und (c) ins Titan-Netz eingesetzt und eingeklebt; von beiden Seiten mechanisch gedünnt und (d) und (e) jeweils mit einer Mulde versehen und dünnste Stelle mit Argon-Ionen beschossen; (f) fertige TEM-Probe mit Loch.

Dabei ist zu beachten, dass aufgrund der geringen Probendicke von unter 100 nm im elektronentransparenten Bereich, eine im bulk-Zustand verspannte Probe relaxiert und somit zu einer unverspannten Probe wird. Die dadurch messbare Änderung der Gitterkonstante kann im Vergleich mit der unverspannten bulk-Gitterkonstante als Maß für die Verspannung des Kristallgitters des verspannten Bulk-Materials angesehen werden.

3.3. TEM-Experimente

Konventionelle TEM (Hellfeld), HRTEM, CBED und ALCHEMI wurden an einem TEM TECNAI 20 S-TWIN (200 kV Beschleunigungsspannung, LaB₆-Kathode, Gatan ImageFilter™) durchgeführt. Die energiedispersive Röntgenanalyse EDX erfolgte mittels eines EDAX Detektorsystems mit Si-Detektor. Die TEM-Bilder und CBED-Muster wurden mit einer slowscan CCD-Kamera mit 1024x1024 Pixeln und alternativ mit elektronensensitiven Bild-

platten aufgenommen. Der Vorteil der elektronensensitiven Bildplatten ist zusätzlich zu dem im Vergleich zur CCD-Kamera vergrößerten Aufnahmebereich, der um 3-4 Größenordnungen größere darstellbare lineare Kontrast. Nachteilig wirkt sich allerdings die nicht direkt mögliche Überprüfung des aufgenommenen Bildes unmittelbar nach der Aufnahme aus, was den großen Vorteil der CCD-Kamera ausmacht.

3.3.1. ALCHEMI

Die ALCHEMI Untersuchungen wurden an implantierten 4H-SiC Proben in $[01\bar{1}0]$ Kristallorientierung durchgeführt, da sich in dieser Orientierung die einzelnen Gitterplätze für Si und C und der Zwischengitterplatz deutlich unterscheiden lassen, Abb. 3-02 bzw. 3-03. Dabei war darauf zu achten, dass die Probe während der Aufnahme des EDX-Signals nicht unter dem Strahl hinwegdriftet und während des Strahlverkipps die Probenstelle verlässt. Es gibt zwei Möglichkeiten, um die Verkippung zu realisieren: zum einen die Verkippung des Elektronenstrahls bei unbewegter Probe und zu anderen die Verkippung der Probe bei gleich bleibendem Elektronenstrahl. Die Nachteile der Verkippung der Probe liegen in der Drift der Probe, die bei dieser Art der Verkippung größer ist als bei Verkippung des Strahls, wie auch in der Veränderung der Anordnung von Probe und EDX-Detektor, wodurch die Zählrate der detektierten Röntgenquanten negativ beeinflusst wird (siehe Kapitel 2.4.1.) Praktisch ist eine völlige Kompensation des Drifts der Probe bzw. des Strahls nicht möglich, so dass bei Verkippung die Probenposition überprüft werden muss. Wegen der zusätzlich einfach zu realisierenden und justierenden Strahlverkippung wird in dieser Arbeit die Verkippung des Strahls benutzt. In Abb. 3-02 sind die simulierten Anregungsamplituden der Blochzustände mit Maxima bei den Gitterpositionen von Si und C bzw. bei Zwischengitterplätzen (Abb. 3-02a) dargestellt

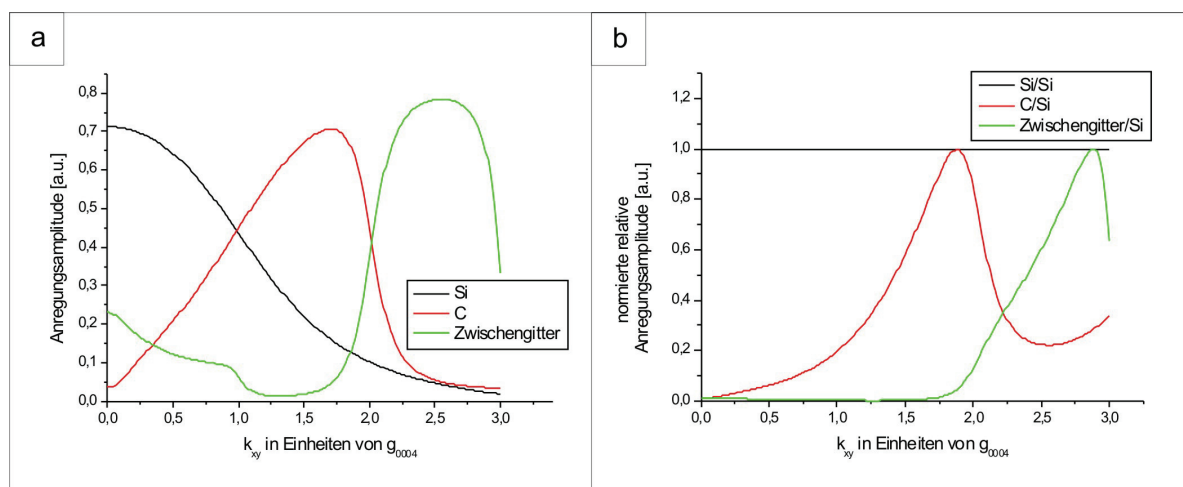


Abb. 3-02 (a) Anregungskurven (im Englischen: excitation curves) der möglichen Aufenthaltsorte von Fremdatomen im $[01\bar{1}0]$ 4H-SiC Kristall (Si-, C- oder Zwischengitterplatz). Durch die unterschiedlichen Positionen der Maxima der Anregung gegenüber dem Kippwinkel, ist eine Zuordnung der experimentellen Daten zu den jeweiligen Gitterplätzen möglich. (b) Zur Vereinfachung der Auswertung werden relative Anregungen (zum Röntgensignal von Si) zur Auswertung herangezogen

Da aufgrund der unterschiedlichen experimentellen Röntgenpeakhöhen, infolge der abnehmenden Zählraten beim Verkippen des Elektronenstrahls, bei der Auswertung die Röntgenspektren normiert werden müssen, wird bei der Auswertung das Verhältnis der gemessenen Peakhöhe zur Höhe des Si-Peaks bestimmt und zur weiteren Analyse herangezogen. Dahingehend modifiziert sich Abb. 3-02a zu Abb. 3-02b.

In Abb. 3-03 sind die Ergebnisse der Blochwellensimulation für die Zone $[01\bar{1}0]$ dargestellt. Abb. 3-03a zeigt das entlang der Zonenachse projizierte 2D-Kristallpotenzial. Der Durchmesser des parallelen Elektronenstrahls betrug ca. 70-90 nm. Die EDX Spektren wurden für verschiedene Verkipnungen des Elektronenstrahls aufgenommen, wobei die maximale Verkipfung $2,5g_{0004}$ bei einer Schrittweite von $0,5g_{0004}$ betrug. Die einzelnen angeregten Blochzustände sind für den Fall der Anregung der Si- bzw. C-Gitterplätze und des Zwischengitterplatzes in Abb. 3-03b-d dargestellt. An den unterschiedlichen Skalierungen wird die ungleiche Anregung der einzelnen Positionen im Kristallgitter verdeutlicht, welche in Abb. 3-02 dargestellt ist. Zusätzlich ist aus Abb. 3-03c und Abb. 3-03d zu erkennen, das gleichzeitig auch noch andere Gitterplätze außer dem C-Gitterplatz (Abb. 3-03c) bzw. dem Zwischengitterplatz (Abb. 3-03d), auch wenn diese sehr schwach angeregt sein können

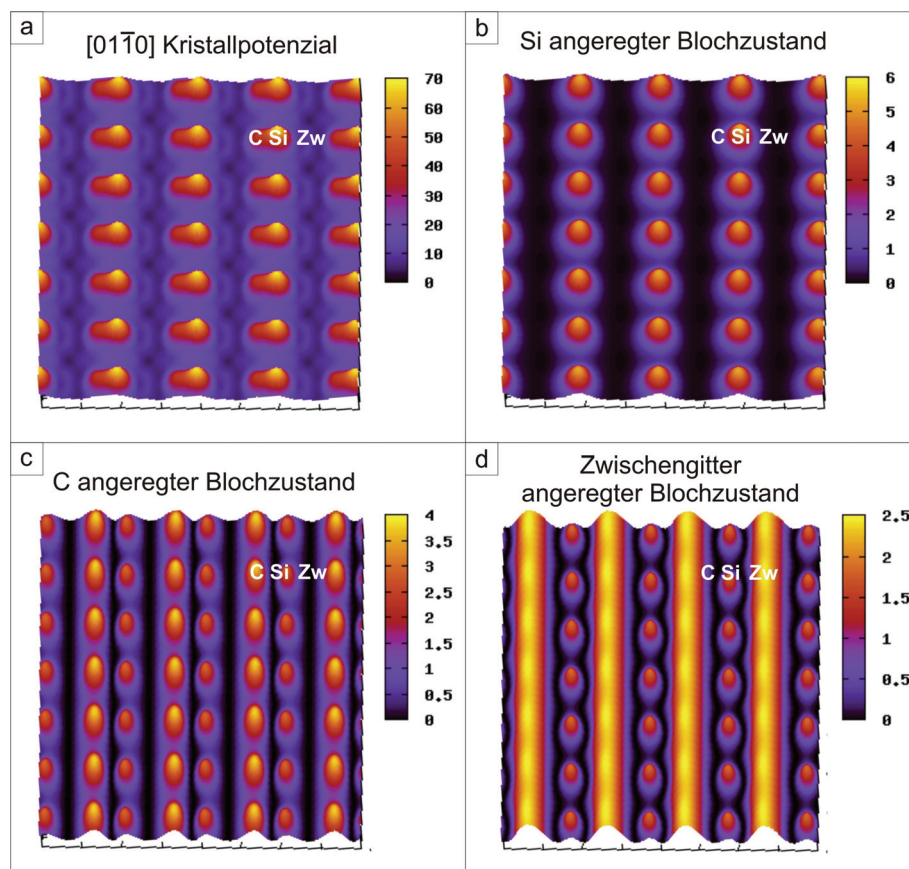


Abb. 3-03 (a) Projiziertes Kristallpotenzial entlang der $[01\bar{1}0]$ Richtung; (b)-(d) Elektronendichteverteilungen der einzelnen Blochzustände für die Anregung von (a) Blochzustand 1 (maximale Anregung von Si); (b) Blochzustand 8 (Anregung von C) und (c) Blochzustand 9 (Anregung von Zwischengitterplätzen)

Die Messdauer betrug aufgrund der teilweise sehr geringen Konzentrationen 40 bis 60 Minuten (effektive Messzeit), wobei die Probendrift automatisch durch die verwendete Software mittels Vergleich der FFTs (Fast Fourier-Transformationen) zu Beginn und während der Messung korrigiert wurde. Das Verfahren zur Auswertung von Spektren von Elementen, die im Periodensystem nah beieinander stehen wird im Kapitel 4.1. „Methodik der Auswertung“ näher erläutert.

3.3.2. CBED

Zur Charakterisierung mit CBED wurde die Kristallorientierung $[120\ 80\ 1]$ -4H-SiC (beziehungsweise $[320]$ mit 2° Kristallverkipfung in $[001]$ Richtung) herangezogen (Abb. 3-04). Diese Orientierung wurde so gewählt, dass die Zone HOLZ-Linien verschiedener Ordnungen besitzt, die nicht oder nur schwach miteinander dynamisch wechselwirken.

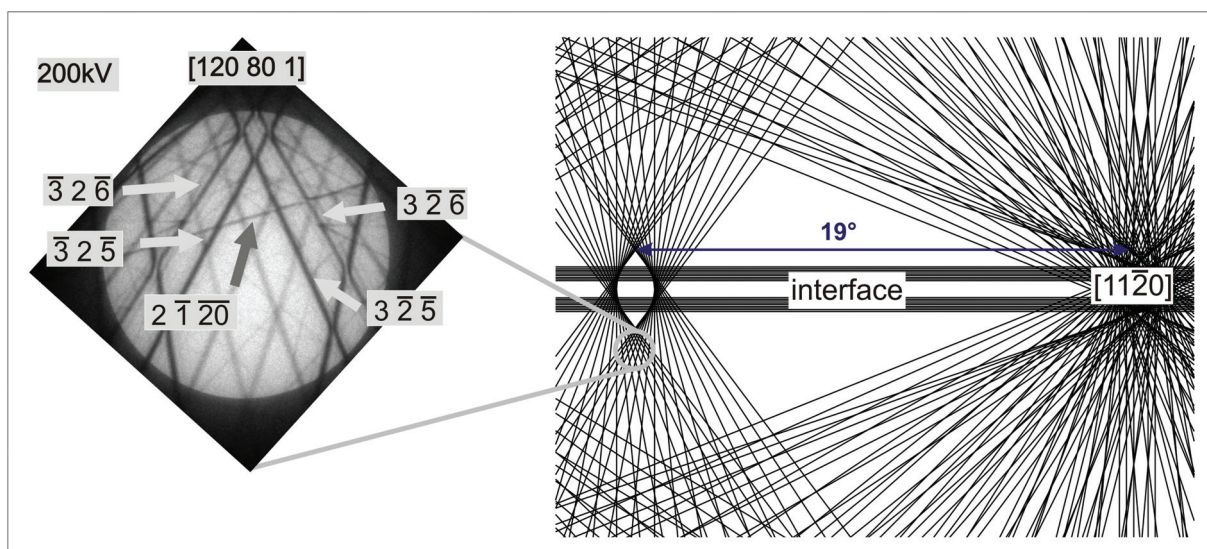


Abb. 3-04 Zusammenhang zwischen der Probenorientierung $[11\bar{2}\ 0]$ und der verwendeten Zonenachse $[120\ 80\ 1]$ für eine Beschleunigungsspannung von 200kV. Die hochindizierte HOLZ-Linie $(2\ \bar{1}\ 20)$ reagiert sehr sensitiv auf Gitterkonstantenänderungen in c-Richtung. Alle Linien gehören der ZOLZ an bis auf die HOLZ-Linie $(2\ \bar{1}\ 20)$, welche zur ersten Laue-Zone gehört.

Die hochindizierte HOLZ-Linie $(2\ \bar{1}\ 20)$ reagiert aufgrund der hohen l - Indizierung sehr sensitiv auf Gitterkonstantenänderungen in c-Richtung, weshalb das Hauptaugenmerk bei der Analyse und Auswertung der Experimente bzw. Simulation auf dieser Linie liegen wird. Alle Linien gehören der ZOLZ an bis auf die HOLZ-Linie $(2\ \bar{1}\ 20)$, welche zur ersten Laue-Zone (FOLZ) gehört.

3.4. Simulationen

Zur Interpretation der experimentell gewonnenen Resultate werden begleitend zu den Experimenten Simulationen durchgeführt. Die dabei verwendeten Parameter sind in den folgenden Kapiteln dargelegt.

3.4.1. ALCHEMI

Die Anregungskurven bzw. Elektronendichteverteilungen der Blochzustände bzw. –wellen für ALCHEMI wurden mit dem Programm von Tsuda und Tanaka [Tsu99] simuliert, welches die Streufaktoren von Doyle und Turner [Doy68] verwendet. Dabei wurden folgende Simulationsparameter benutzt: Zonenachse: $[01\bar{1}0]$, Beschleunigungsspannung 200 kV, Ausdehnung im reziproken Raum: $-2,0 \dots 2,0 \text{ \AA}^{-1}$ (entspricht bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV: ca. 3°); Anzahl der berechneten Zweige der Dispersionsfläche: 10, Anzahl der berücksichtigten gebeugten Strahlen der ZOLZ: 67, Simulationspunkte: 501 Pixel.

3.4.2. Molekulardynamische Simulation (MD)

Die Molekulardynamischen Simulationen wurde mit Hilfe eines in FORTRAN geschriebenen Programms durchgeführt, welches einen Standard-MD-Code verwendet, der auf dem Tersoff-Potenzial basiert [Ter89]. Der Quellcode wurde von Dr. K. Gärtner (FSU Jena) entwickelt und zur Verfügung gestellt [Gär01]. Im Rahmen dieser Arbeit wurden aufgrund der großen Modelle, mit einer Größe der Superzellen von $8 \times 8 \times 90 \text{ nm}^3$ und mehr als drei Millionen Atomen, nur einfache statische Relaxationen durchgeführt, insgesamt 2500 Zeitschritte á 1 Femtosekunde. Die Anfangs- und Randbedingungen (periodisch, nicht-periodisch) wurden aufgrund der nachfolgenden Multislice-CBED-Simulationen so gewählt, dass das Modell in z-Richtung (parallel zum Elektronenstrahl) periodisch fortgesetzt werden kann. Die Integration der zu berechnenden Geschwindigkeiten erfolgte mit der Verlet-Integration [Ver67]. Aufgrund in der Literatur nicht vorhandener Tersoff-Potenziale für Al bzw. P, wurden, um Tendenzen in den relaxierten Atompositionen zu erhalten, die verfügbaren Potenziale von Si, C bzw. Ge innerhalb der MD Simulationen für die Fremdatome im Kristallgitter verwendet.

3.4.3. Multislice-Simulation für CBED

Die Multislice-Simulationen wurden mit einem in der Arbeitsgruppe entwickelten Programm *Musli* [Chu96, Chu05] durchgeführt. Es ist speziell weiterentwickelt worden, um auch große Modelle mit mehreren Millionen Atomen in akzeptabler Zeit berechnen zu können [Chu05]. Es wurden folgende Simulationsparameter verwendet: Beschleunigungsspannung 200 kV,

$C_s = 0,0$ mm, Objektivdefocus $0,0$ nm, Konvergenzwinkel $0,2 \text{ \AA}^{-1}$ ($\approx 0,3^\circ$), berechnete Bildgröße in Pixeln: 6144×6144 (6k x 6k), maximale simulierte Kristalldicke: 200 nm. Der Durchmesser der 000-Beugungsscheibe beträgt dabei 250 Pixel. Die Streufaktoren von Doyle und Turner [Doy68] wurden verwendet. Des Weiteren wurde aufgrund der hohen Indizierung der verwendeten Kristallorientierung das Modell für die Zone [320] erstellt und für die Berechnung um 2° zur Zone [120 80 1] verkippt. Eine Berechnung dauerte dabei auf einem Pentium4 ($2,8$ GHz, 2 GB RAM) ca. zwei Tage.

3.4.4. Blochwellensimulation für CBED

Um den Einfluss der Fremdatome bzw. des Fremdatomeintrags in den Kristall in Form von Änderungen in der Gitterkonstanten zu bestimmen, wurden voll-dynamische Blochwellensimulationen der selben Zonenachse wie bei den Multislice-Simulationen mit dem Programm von Tsuda und Tanaka [Tsu99] berechnet. Dabei wurde die c-Gitterkonstante um den Standardwert von $1,0085$ nm herum um maximal $\pm 0,8\%$ in insgesamt 9 Simulationen nach oben bzw. nach unten variiert. Der Durchmesser der 000-Beugungsscheibe beträgt dabei 400 Pixel. Die zur Auswertung herangezogene simulierte Probendicke lag wie bei den Multislice-Simulationen bei 200 nm. Eine Berechnung dauerte dabei auf dem gleichen PC wie bei den Multislice-Simulationen etwa $1,25$ Stunden.

4. Ergebnisse

4.1. Methodik der Auswertung

4.1.1. Peakfittung und Peakhöhenbestimmung

Wie in Kapitel 2.4. dargestellt, handelt es sich bei einem EDX Röntgenspektrum um eine Überlagerung der Bremsstrahlung und Charakteristischer Röntgenstrahlung, wobei sich die Peaks aufgrund geringer Energiedifferenzen einiger Röntgenlinien überlappen können. Die Bestimmung der exakten Peakhöhen ist für die ALCHEMI Untersuchungen von essentieller Bedeutung, da nur so die Unterschiede in den Anregungskurven der Blochzustände mit den experimentell bestimmten Röntgenpeaks in Abhängigkeit der Verkippung verglichen werden können. Deshalb sind die Profile der Röntgenlinien in den interessierenden Energiebereichen unter Berücksichtigung der vorhandenen K_α und K_β Linien [Zsc89], mit Gaußkurven angefitet worden. Am Beispiel der Peaks von Al und Si ist dieser Fit in Abb. 4-01a dargestellt.

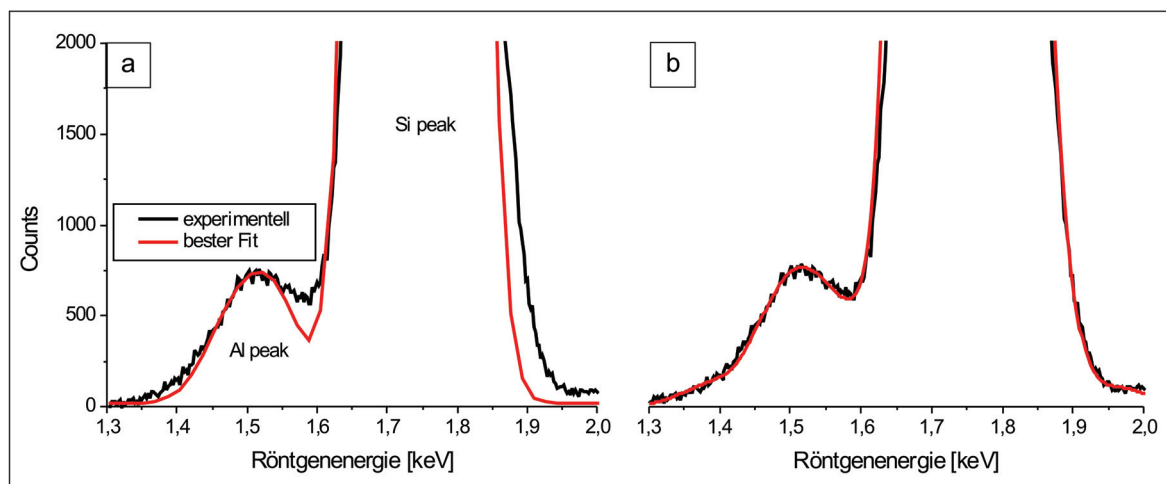


Abb. 4-01 Bestimmung der Peakhöhen aus den Spektren durch Anfitung mit Gaußkurven. Der Untergrund (Bremsstrahlung und Rauschen) wurde bereits abgezogen (annähernd eine Gerade in dem Energiebereich). a) Spektrum gefittet mit 4 Gaußfunktionen von Si und Al (je K_α , K_β). b) Spektrum gefittet unter Berücksichtigung zusätzlicher W Peaks. Der Fit gibt den experimentellen Verlauf nach Berücksichtigung der W Peaks wieder sehr gut wieder.

Da die Linienposition bekannt ist, gibt es (für das obige Beispiel) nur drei Parameter:

- die Intensität von Si
- die Intensität von Al
- Halbwertsbreite der Linien, bestimmt durch die Breite des Si-Peaks

Dabei können aufgrund der geringen energetischen Differenzen zwischen den beiden Peaks beide als Gaußfunktionen mit der gleichen Halbwertsbreite angesehen werden. Wird der beste Fit von der experimentellen Kurve abgezogen, so entstehen Rest-Peaks in dem interessierenden Energiebereich zwischen 1,6 keV und 2,0 keV, die dem W zugeordnet werden kön-

nen, welches von den Blenden im Strahlengang des TEM herrühren. Diese zusätzlichen Peaks wurden nun wiederum zu dem erneuten Fit hinzugezogen (verwendete Röntgenlinien: Tabelle 4-01), um eine Verbesserung der Anpassung an das Experiment zu erreichen, Abb. 4-01b.

Element	Röntgenlinie	Röntgenenergie [keV]
Al	$K_{\alpha 1}$	1,48678
	$K_{\alpha 2}$	1,48627
	K_{β}	1,55755
Si	$K_{\alpha 1}$	1,73998
	$K_{\alpha 2}$	1,73938
	K_{β}	1,83594
W	-	1,68400
	$M_{\alpha 1}$	1,77310
	M_{β}	1,83490

Tabelle 4-01 Zusammenstellung aller zum Fit der experimentellen Röntgenspektren herangezogener Röntgenlinien [Zsc89]

Die so bestimmten experimentellen Peakhöhen werden auf die Si-Peakhöhe normiert, um eine Vergleichbarkeit der verschiedenen Messungen (aufgrund unterschiedlicher Quantenausbeuten bei jeder Messung) zu gewährleisten. Um eine Veränderung der Anordnung von Probe und EDX-Detektor beim Einstellen der einzelnen Aufnahmepositionen der Röntgenspektren für die ALCHEMI-Analyse zu vermeiden, wurde (wie in Kapitel 3.3.1. dargelegt) der Elektronenstahl anstelle der Probe verkippt. Im speziellen Fall der Al- und P-Dotierung erwachsen weitere Probleme für die Anpassung durch die geringe Konzentration der Fremdatome und dem daraus resultierenden starken Überlapp mit dem Peak des Matrixelementes Si.

4.1.2. Auswertung von CBED-Mustern

4.1.2.1. Bildbearbeitung

Bevor aus den experimentellen CBED-Mustern der gesuchten Parameter, entweder Gitterkonstanten oder Beschleunigungsspannung, bestimmt werden kann, müssen die Bilder bearbeitet werden, so dass das Signal-Rausch-Verhältnis verbessert und damit die Detektierbarkeit der HOLZ-Linien erhöht wird. Das geschieht vor allem durch die Subtraktion des Hintergrunds. Dazu wird eine Maske erstellt mit einem Filter (Gauß'scher Weichzeichner) eines Bildbearbeitungsprogramms. Danach wird das sich ergebene Bild bezüglich Kontrast und Helligkeit bearbeitet. Während dieser ganzen Vorbereitung des Bildes wird der Bereich, der zur Gitterkonstantenbestimmung herangezogen wird, ausgeschnitten. In der Abb. 4-02 ist ein solcher Vorgang schematisch dargestellt. Man sieht, wie das SNR der Linien im Experiment durch die Bildbearbeitung nachträglich gesteigert wird.

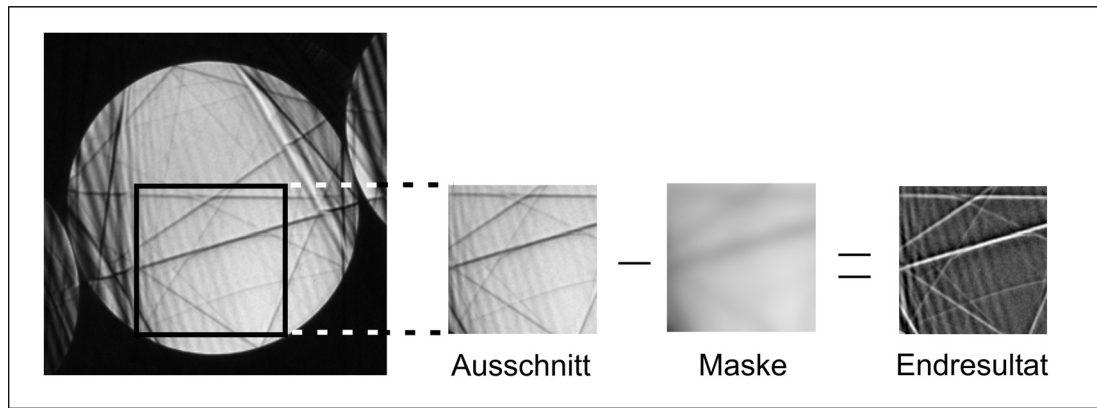


Abb. 4-02 experimentelles CBED-Muster, mit Ausschnittbereich ([661] 3C-SiC). Man kann die Erhöhung des SNR der Linien höherer Ordnungen erkennen.

4.1.2.2. Houghtransformation

Bei der Liniendetektion wird die Hough-Transformation [Hou62] ausgenutzt, die durch folgende Gleichung beschrieben wird:

$$H(\alpha, \rho) = \iint f(x, y) \delta[y - mx - b] dx dy \quad (29)$$

Dabei wird eine Linie ($y = mx + b$) des Realraumes im Houghraum durch einen Punkt dargestellt. Zu diesem Punkt gehört das Koordinatenpaar (ρ, α) , wobei ρ (Wertebereich: 0 bis ∞) und α (Wertebereich: 0 bis 2π) gemäß Abb. 4-03 definiert werden. Diese Transformation wird in diesem Fall verwendet, um Liniengleichungen zu bestimmen, um mit deren Hilfe die Streckenabschnitte zu berechnen.

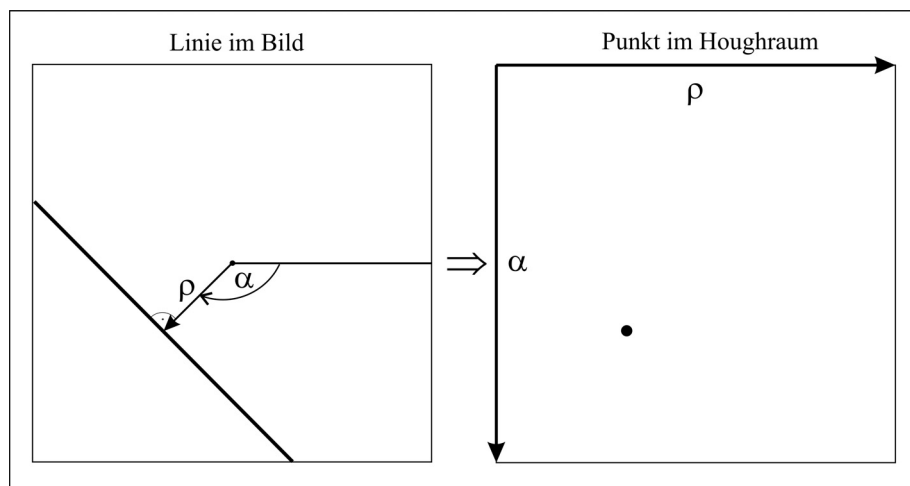


Abb. 4-03 Umwandlung der Linienparameter im Bildraum (links) in die Punktkoordinaten im Houghraum (rechts)

Zur Liniendetektion wird die Eigenentwicklung der Arbeitsgruppe Kaiser *Hough* [Chu04] verwendet, welches eigens für die Auswertung von CBED-Mustern erstellt wurde.

4.1.2.3. CBED Auswertung

Definition der verwendeten Verhältnisse

Zur Untersuchung des Einflusses von Fremdatomen auf die Gitterkonstanten wurde aus der verwendeten Kristallorientierung $[120\ 80\ 1]$ die HOLZ-Linie $(2\ \bar{1}\ \bar{2}0)$ verwendet, da sich diese verglichen mit den anderen Linien dieser Zone als sensitiv für Änderungen der Gitterkonstante (bzw. Beschleunigungsspannung) erweist (siehe Kapitel 2.3.3.). Dabei wurde ein Verhältnis herangezogen, welches die größte Veränderung erfährt, wenn sich die Position der Linie aufgrund der Gitterkonstantenänderung ändert (Abb. 4-04) oder eine Aufspaltung erfolgt (Abb. 4-05).

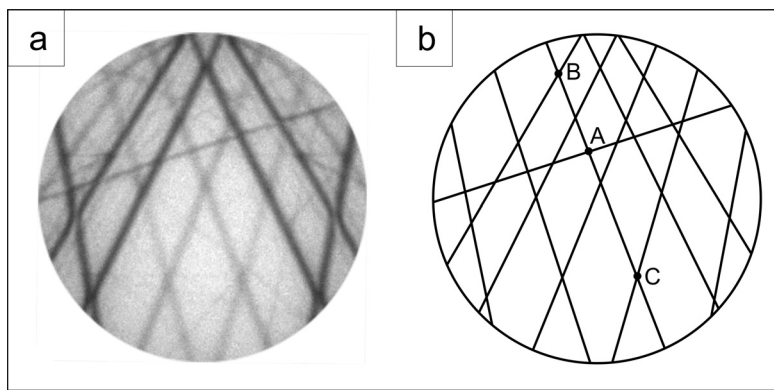


Abb. 4-04 a) Experimentelles CBED-Muster von $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC, b) gewähltes Verhältnis für einfache Verschiebung der Linie $(2\ \bar{1}\ \bar{2}0)$ ohne Aufspaltung

Für den Fall einer einfachen Linienschiebung wie in Abb. 4-04 wurde folgendes Verhältnis verwendet:

$$R_0 = \frac{\overline{AB}}{\overline{AC}}, \quad (30)$$

wohingegen bei der Linienaufspaltung das Verhältnis R_0 zu den Verhältnissen R_1 und R_2 modifiziert wurde, Abb. 4-05:

$$R_1 = \frac{\overline{AB}}{\overline{AC}} \quad R_2 = \frac{\overline{A'B}}{\overline{A'C}} \quad (31)$$

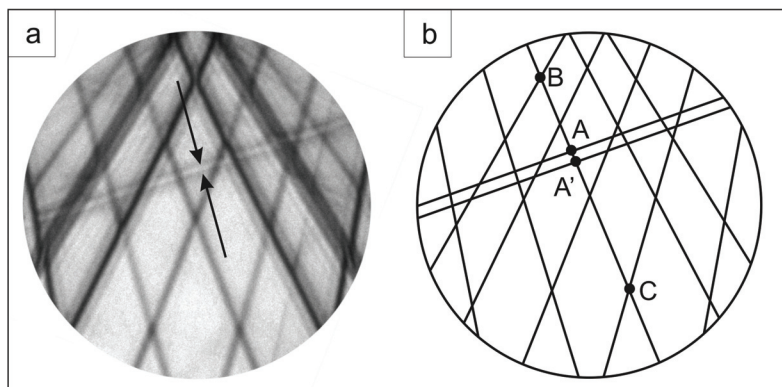


Abb. 4-05 a) Experimentelles CBED-Muster von $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC mit Aufspaltung der Linie $(2\ \bar{1}\ \bar{2}0)$, die Aufspaltung im experimentellen Muster ist zur Verdeutlichung durch Linien und Pfeile hervorgehoben worden b) gewählte Verhältnisse für die Bestimmung der Aufspaltung und der Verschiebung der Linie $(2\ \bar{1}\ \bar{2}0)$

In Abb. 4-05a ist die Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) durch die Pfeile hervorgehoben worden. Die Größe der Linienaufspaltung ist demnach durch die Differenz $R_2 - R_1$ gegeben. Eine mögliche zusätzliche Verschiebung der Mitte der Linienaufspaltung wird durch die Abweichung des Mittelwertes von R_1 und R_2 von der Linienlage (bzw. dem Verhältnis R_s , Standardverhältnis) für reines undotiertes 4H-SiC bestimmt.

$$\Delta R' = \frac{1}{2}(R_1 + R_2) - R_s \quad (32)$$

Dieses Verhältnis bzw. diese Verhältnisse wurden nun für jedes experimentelle CBED-Muster bestimmt und mit denen von reinem 4H-SiC bzw. bei bekannter Beschleunigungsspannung von simulierten CBED-Mustern verglichen um die effektive Verschiebung bzw. Aufspaltung quantitativ bestimmen zu können.

Verhältnisänderung bei Gitterkonstantenvariation

Zur Bestimmung der Gitterverspannung in Form von Gitterkonstantenänderungen aufgrund des Fremdatomeintrags in den Kristall wurde R_0 für verschiedene c-Gitterkonstanten bestimmt und graphisch dargestellt (siehe Abb. 4-06). Der Regressionsgeraden liegt folgende Gleichung (der Form $y = m \cdot x + b$) zugrunde:

$$R_0 = 15,951 \cdot c - 15,489$$

mit $\Delta m = 0,260 \text{ nm}^{-1}$ bzw. $\Delta b = 0,263$.

Mit dieser Gleichung kann bei bekanntem Verhältnis R_0 die c-Gitterkonstante bestimmt werden. Eine Gleichung für die Bestimmung der Verspannung des Kristallgitters (bzw. der daraus resultierenden Änderung der Gitterkonstante) in Abhängigkeit von der Abweichung des Verhältnisses R_0 vom Wert für die bulk Gitterkonstante $c_0 = 1,00848 \text{ nm}$ erhält man, indem aus den Ergebnissen aus Abb. 4-06 nur die Abweichung zu den jeweiligen Standard-

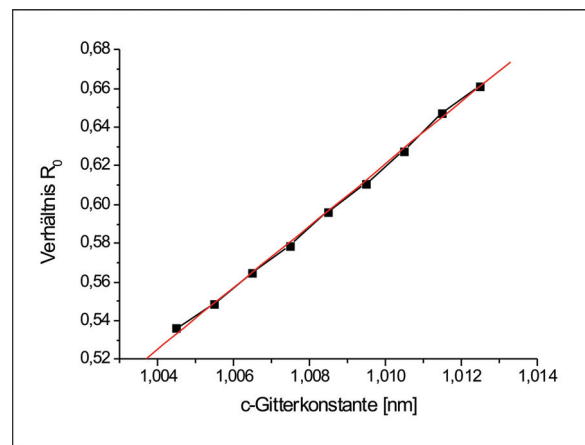


Abb. 4-06 Veränderung des ausgewählten Verhältnissen bei Änderung der Gitterkonstante c . Deutlich ist der lineare Zusammenhang erkennbar.

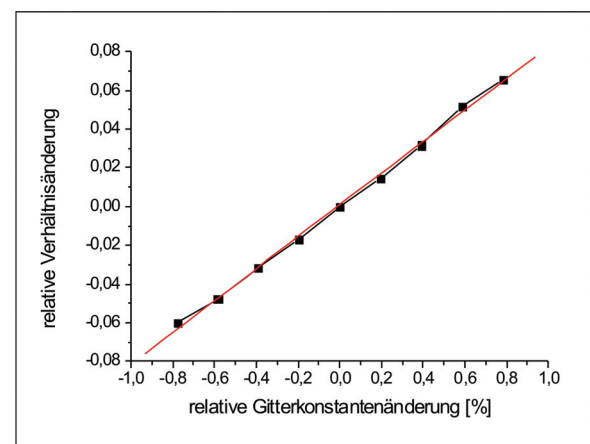


Abb. 4-07 Graphische Darstellung der Abhängigkeit der Abweichung vom Verhältnis R_0 von der Veränderung der c-Gitterkonstante.

werten (bulk-Gitterkonstante c_0 mit dazugehörigem Verhältnis R_0) dargestellt wird (Abb. 4-07). Die Gleichung, die sich hierbei durch lineare Regression ergibt, lautet:

$$\Delta R = 0,082 \cdot \Delta c / c_0 + 7,067 \cdot 10^{-4} \quad (33)$$

mit $\Delta m = 6,722 \cdot 10^{-4}$ und $\Delta b = 0,001$

Damit lässt sich die Änderung der Gitterkonstante, messbar in der Änderung des Verhältnisses, auf eine Bestimmung der Verspannung des Gitters durch die Fremdatome anwenden.

4.1.3. Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung

Bei der Bestimmung der Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung werden zwei Arten unterschieden, die im Folgenden näher erläutert werden:

- Geometrischer Fehler, der auf den geometrischen Parametern, wie der Länge der Linie im Bild, dem Schnittwinkel zwischen den Linien und die Abstände der zur Verhältnissbildung verwendeten Schnittpunkte von HOLZ-Linien beruht und
- Statistischer Fehler, der den Einfluss des SNR, der natürlichen Linienbreite und der Länge der Linie im Bild berücksichtigt.

4.1.3.1. Geometrischer Fehler

Die maximal mögliche Genauigkeit der Bestimmung einer Gitterkonstante ist stark vom Detektionsparameter (Hough Accuracy Wert) Z abhängig, mit welchem die Genauigkeit vorgegeben werden kann, mit der eine Linie bzw. ein Verhältnis von Abständen zwischen Linien detektiert werden soll. Genauigkeit in diesem Zusammenhang bedeutet, dass vorgegeben wird, wie groß die maximale Abweichung der detektierten Linienposition von der Linienposition im CBED-Muster sein darf. So bedeutet beispielsweise ein Wert von $Z = 0,1$, dass die detektierte Linie sich innerhalb eines Gebietes von maximal 0,1 Pixel um die Linie herum aufhalten muss (d.h. maximaler Abstand von der Linie $\Delta L = 0,05$ Pixel). In Abb. 4-08a wird dieser Zusammenhang verdeutlicht. Der Nachteil dabei ist, dass die Messzeit bei höherer geforderter Genauigkeit sehr stark zunimmt.

Aus dem Linien-Fehler ΔL lässt sich der Punkt-Fehler ΔP berechnen (Abb. 4-08b), der angibt,

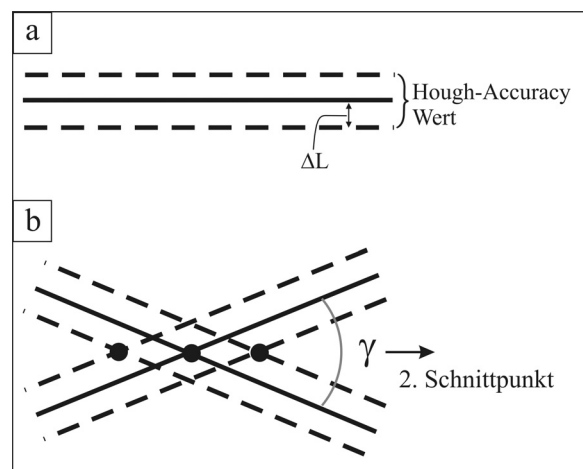


Abb. 4-08 Graphische Darstellung des geometrischen Fehlers für die Liniendetektion und der daraus resultierende Fehler in der Punktdetektion

wie genau sich der Schnittpunkt zweier Linien mit ΔL_1 und ΔL_2 bestimmen lässt.

$$\Delta P = \sqrt{\frac{\Delta L_1^2 + \Delta L_2^2}{\sin^2 \gamma}} \quad (34)$$

Mit Hilfe von zwei Punkten P_1 und P_2 bildet man eine Strecke S mit dem dazugehörigen „Streckenfehler“ ΔS :

$$\Delta S = \sqrt{\Delta P_1^2 + \Delta P_2^2} \quad (35)$$

Bildet man aus zwei Strecken S_1 und S_2 einen das Verhältnis $R = S_1/S_2$, so berechnet sich der Fehler ΔR zu:

$$\Delta R = \frac{\sqrt{S_1^2 \Delta S_2^2 + S_2^2 \Delta S_1^2}}{S_2^2} \quad (36)$$

Unter der vereinfachenden Annahme, das ΔL für alle am Verhältnis R beteiligten Linien gleich ist, ergibt sich unter zu Hilfenahme der Gleichungen 33-35 für ΔR folgende Gleichung:

$$\Delta R = \sqrt{2} \Delta L \cdot M \quad (37)$$

mit

$$M = \frac{1}{S_2} \sqrt{\frac{1}{R^2} \left(\frac{1}{\sin^2 \gamma_1} + \frac{1}{\sin^2 \gamma_2} \right) + \left(\frac{1}{\sin^2 \gamma_3} + \frac{1}{\sin^2 \gamma_4} \right)} \quad (38)$$

S_1 mit γ_1 und γ_2 bzw. S_2 mit γ_3 und γ_4

M ist für ein beliebiges Verhältnis $R = S_1/S_2$ am kleinsten, wenn $\gamma_i = 90^\circ$ ist, da $(\sin \gamma_i)^{-2} = 1$ für diesen Fall, anderenfalls ist $(\sin \gamma_i)^{-2} > 1$ und damit M ebenfalls größer. Das bedeutet, dass man den kleinsten (geometrischen) Verhältnissfehler ΔR erhält, wenn man nur Linien benutzt, die sich im Winkel von 90° schneiden. Dieses ist experimentell nicht realisierbar.

4.1.3.2. Statistischer Fehler

Zusätzlich zum geometrischen Fehler wird die Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung durch Linieneigenschaften, wie das Signal-Rausch-Verhältnis (SNR), die Breite (W) und die Länge der verwendeten Linien im Bild (L) beschränkt.

Dabei wird das SNR als der Quotient aus der Intensität der Linie in Form der Differenz der Mittelwerte der Grauwerte der Linie μ_{linie} und des Hintergrunds des CBED Musters μ_{hgr} (= Signal S) und der Standardabweichung der Grauwerte des Hintergrunds σ (= Rauschen), wo-

bei angenommen wurde, sodass das Rauschen über das gesamte CBED Muster gleichverteilt ist.

$$\text{SNR} = \frac{\mu_{\text{linie}} - \mu_{\text{hgr}}}{\sigma}$$

Aufgrund des Rauschens und der daraus resultierenden zusätzlichen Unschärfe der zu detektierenden Linie ist auch der Houghpeak der Linie verbreitert, sodass die Wahrscheinlichkeit den „wahren“ Verlauf der Linie zu detektieren von deren SNR abhängt. Somit unterliegen die zu bestimmenden Hough-Parameter (ρ , α : siehe Kapitel 4.1.2.2.) ebenso dem zusätzlichen durch das Rauschen hervorgerufenen (statistischen) Fehler.

Unter Zuhilfenahme weiterer Linienparameter wie der Länge der Linie im Bild L und der Halbwertsbreite der Linie W , lässt sich die maximale Genauigkeit der Liniendetektion aufgrund des statistischen Einflusses des Rauschens gemäß Chuvilin et al. [Chu04] folgendermaßen angeben:

$$\Delta L_{\text{Stat}} = 0.66 \cdot \sqrt[3]{\frac{W^4}{\text{SNR}^2 L}} \quad (39)$$

Mit Hilfe von Gleichung 39 kann nun der statistischen Einfluss des Rauschens auf das verwendete Verhältnis analog zu Gleichungen 34-36 berechnet werden, da der geometrische Fehler nicht kompensiert werden kann.

Damit ist eine a-priori Berechnung der erreichbaren Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung mit verschiedenen Linien eines (simulierten oder experimentellen) CBED-Musters möglich.

4.2. Dotierung im SiC

4.2.1. p-Dotierung mit Aluminium

4.2.1.1. TEM-Untersuchungen

Die Hellfeld-Aufnahmen der durch CVD mit Al dotierten 4H-SiC-Proben zeigen ein ungestörtes 4H-SiC Gitter (Abb. 4-09a) für Fremdatomkonzentrationen kleiner als $1,2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, Stapelfehler und andere zwei-dimensionale Defekte für $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ (siehe Abb. 4-10 bzw. 4-11). Abb. 4-09c zeigt eine TEM Aufnahme der ionenimplantierten Probe. Der Bereich mit der größten Konzentration von Dotieratomen und der größten Schädigung durch die Implantation befindet sich in der Mitte des Bildes etwa 150 nm unterhalb der Oberfläche und zeichnet sich auf der Aufnahme durch den Hell-Dunkel Kontrast ab. Die Kreise in Abb. 4-09a,c kennzeichnen die Bereiche, in denen die CBED-Muster aufgenommen wurden. Aufgrund der hohen Dichte an Stapelfehlern bei der hoch dotierten CVD gewachsenen Probe (Abb. 4-09b)

ist es nicht möglich gewesen, ein CBED-Muster mit der interessierenden $(2\ \bar{1}\ 20)$ HOLZ-Linie aufzunehmen. Zusätzlich dazu deutet der Kreis in Abb. 4-09c auf den Bereich mit der höchsten Al-Konzentration hin, Tabelle 2-01.

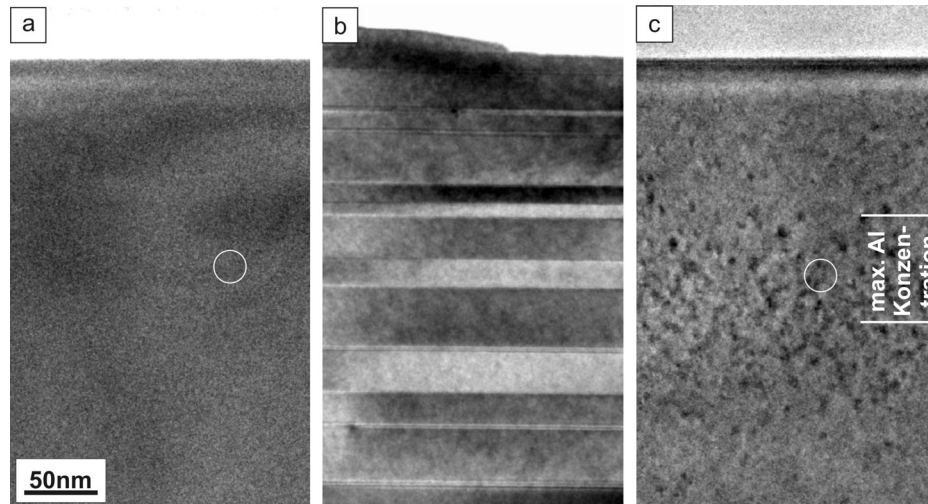


Abb. 4-09 CTEM Aufnahmen von Al dotierten 4H-SiC hergestellt mittels CVD (a,b) und Ionenimplantation (c). (a) Al Konzentration $1.2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ und (b) $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. (b) Die Stapelfehler bzw. Polytypwechsel sind deutlich sichtbar. (c) Probe nach Ionenimplantation und anschließender Temperung: Al Konzentration: $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Die Kreise in Abb. (a),(c) kennzeichnen die Bereiche in denen die CBED-Muster aufgenommen wurden. Der Maßstab aus (a) ist ebenfalls für (b) und (c) gültig.

Die nach der Al Ionenimplantation und Temperung entstehende unregelmäßige Verteilung der zwei-dimensionalen Defekte sind im HRTEM-Bild in Abb. 4-09c zu sehen. Die Stapelfehler (Polytypenwechsel) bzw. 2D-Defekte, welche als dunkle Streifen in Abb. 4-10 sichtbar sind, die in Al dotierten 4H-SiC (Konzentration $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, Abb. 4-10 und 4-11) konnten mittels EDX-Untersuchungen nicht mit den Al-Atomen in Verbindung gebracht werden.

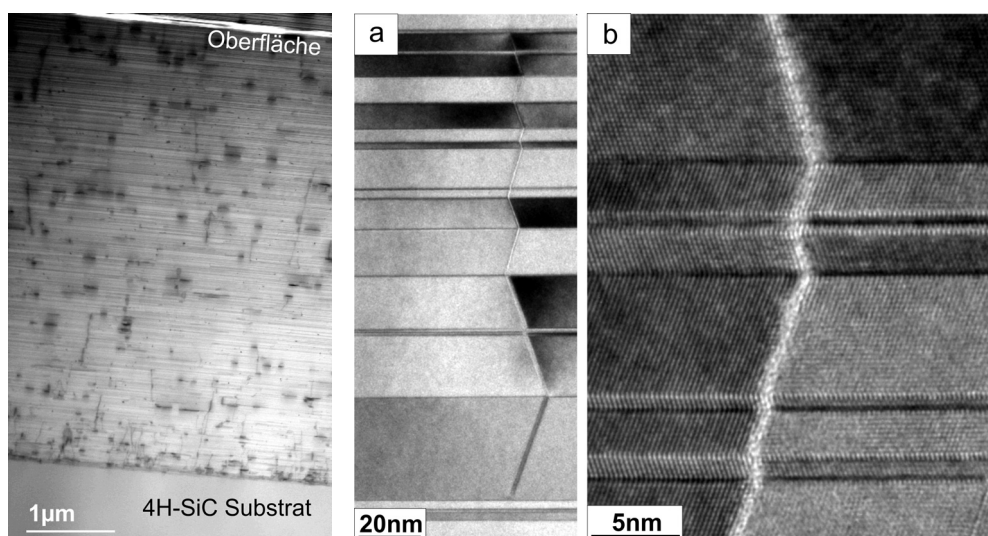


Abb. 4-10 STEM Überblicksbild der CVD gewachsenen Probe mit $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ Al. Über die gesamte Schichtdicke sind Stapelfehler und Defekte sichtbar.

Abb. 4-11 Hellfeld- (a) und HRTEM Aufnahmen (b) von Zick-Zack Defekten innerhalb von Stapelfehlern oder über Stapelfehler hinweg und Defekten, welche nicht mittels EDX-Untersuchungen mit Al in Verbindung gebracht werden kann.

4.2.1.2. ALCHEMI-Resultate

Der Vergleich der ALCHEMI Simulation, Abb. 3-02, mit den experimentellen Ergebnissen, Abb. 4-12, zeigt, dass sich im Fall der während des CVD Wachstums Al dotierten 4H-SiC Proben Al auf Si-Gitterplätzen befindet. Dies ist daran zu erkennen, dass sich die experimentellen Kurven für die normierten relativen Peakhöhen (innerhalb der Fehlergrenzen) um den Wert 1 herum bewegen, welcher mit der Blochwellenanregung des Si-Gitterplatzes korrespondiert. Für den Fall der ionenimplantierten Probe ist die Abhängigkeit nicht eindeutig festzustellen, Abb. 4-13. Das Al kann sich sowohl auf Si-Gitterplätzen sowie auch Zwischengitterplätzen befinden, aufgrund der sich erst konstant um den Wert 1 herum bewegendes Kurve für Verkipnungen kleiner als 1,5 g_{0004} und dem signifikanten Anstieg der Kurve für größere Verkipnungen.

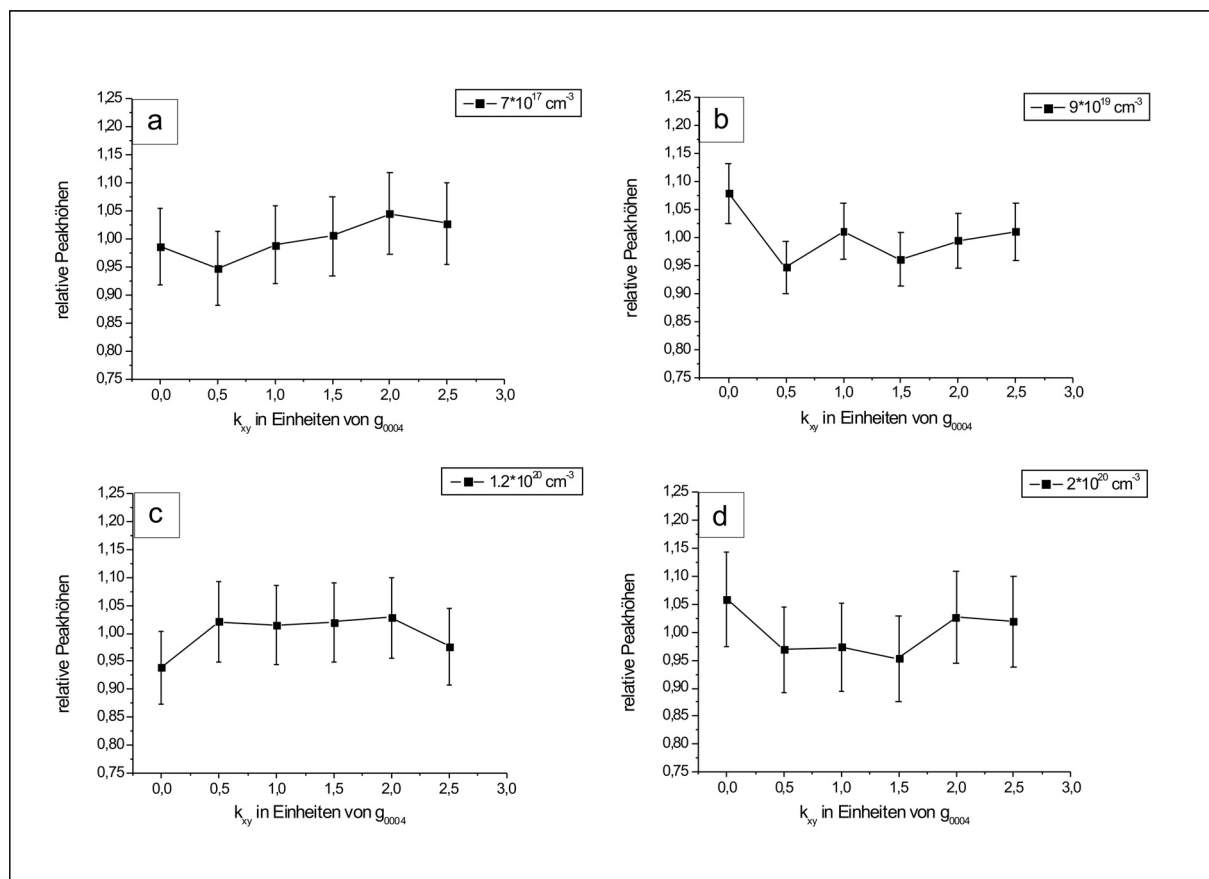


Abb. 4-12 ALCHEMI Ergebnisse von CVD gewachsenen Al dotierten 4H-SiC. Abhängigkeit der normalisierten relativen Peakhöhen von der Strahlverkipfung für verschiedene Al Konzentrationen (a): $7 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$, (b) $9 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ (c) $1,2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, (d) $2 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Die Kurven sind innerhalb der Fehlergrenzen um den Wert 1 herum gelegen, was mit der Anregung von Dotanden auf Si-Gitterplätzen korrespondiert (Vergleich mit Abb. 3-02). Der jeweilige Messfehler beläuft sich auf etwa 7-10%, wobei jede Kurve dreimal bestimmt wurde.

Die Ergebnisse können aufgrund der unterschiedlichen Kurven den verschiedenen Wachstums bzw. Implantationsverfahren zugeordnet werden. Der jeweilige Messfehler beläuft sich auf

etwa 7-10% größtenteils aufgrund des statistischen Rauschens während der Aufnahme des Röntgen-Spektrums.

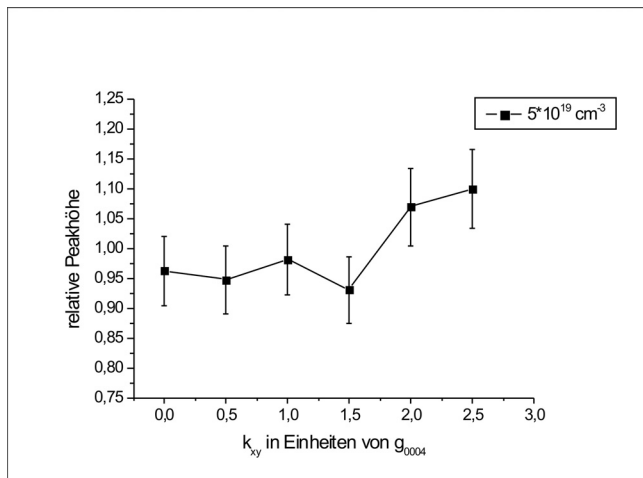


Abb. 4-13 ALCHEMI Ergebnisse von ionenimplantierten Al dotierten 4H-SiC: Al Konzentrationen $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, Al könnte sich sowohl auf Si-Gitterplätzen sowie auch Zwischengitterplätzen befinden (erst konstant um den Wert 1 herum bewegenden Kurve (für $< 1,5 g_{0004}$) und dem nachfolgenden signifikanten Anstieg der Kurve). (Vergleich mit Abb. 3-02). Der jeweilige Messfehler beläuft sich auf etwa 7-10% wobei jede Kurve dreimal bestimmt wurde.

Der Umstand, dass die gemessenen relativen Peakhöhen, dargestellt in Abb. 4-12 und 4-13 von den berechneten bzw. theoretisch zu erwartenden Werten aus Abb. 3-02 abweichen, kann möglicherweise der Abnahme des Röntgensignals für höhere Kippwinkel weg von der Zonenachse zugeschrieben werden. Des Weiteren wird der Channeling-Effekt durch Absorption und ineleastische Streuung im Gitter bzw. der statistischen Verteilung in der (Zwischen-) Gitterplatzbesetzung geschwächt.

Ein Vergleich dieser Resultate mit den mittels optischen und elektrischen Meßmethoden bestimmen Gitterplatzbesetzungen (Dotanden nach Ionenimplantation auf Zwischengitterplätzen [z.B. Neg04, Hee00] bzw. nach CVD Wachstum auf Gitterplätzen [z.B. Boc01, Stra02], siehe Kapitel 2.1.2.) zeigt eine gute Übereinstimmung und dient als Beweis für die Anwendbarkeit der ALCHEMI für Fremdatomkonzentrationen $< 0,1 \text{ at\%}$.

4.2.1.3. CBED-Resultate

Die experimentellen CBED-Muster, die im Al dotierten Bereich der ionenimplantierten Probe aufgenommen wurden, zeigen eine Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$), während diese Linienaufspaltung bei den mittels CVD gewachsenen 4H-SiC-Proben nicht nachgewiesen werden konnte (Abb. 4-14). Eine Linienaufspaltung in den CBED-Mustern von ionenimplantierten Proben wurde auch schon von Terauchi et al. [Ter03] für As implantiertes Si bzw. von Clément et al. [Clé04] in verspannten NiSi Schichten beobachtet.

Abb. 4-14 zeigt die Zusammenstellung der $[120\ 80\ 1]$ CBED-Muster der einzelnen durch CVD (a-c) bzw. Ionenimplantation (d) Al dotierten 4H-SiC Proben. Zum Vergleich ist in Abb. 4-14e das $[120\ 80\ 1]$ CBED-Muster von reinem, nicht dotierten 4H-SiC dargestellt.

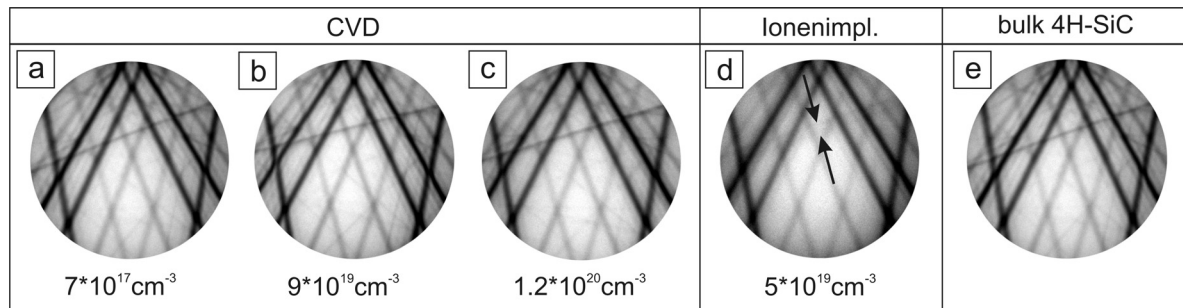


Abb. 4-14 $[120\ 80\ 1]$ CBED Muster von Al-CVD gewachsenen (a-c) und ionenimplantierten (d) 4H-SiC. In den CVD Proben zeigt sich keine Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) aufgrund des nach ALCHEMI nahezu perfekten Einbaus von Al ins SiC Gitter. Verglichen mit reinem 4H-SiC tritt nur eine kleine Linienverschiebung (10^{-2} - 10^{-3} , Tabelle 4-02) auf, die durch eine größere Gitterkonstante erklärt werden kann. Bei der ionenimplantierten Probe (d) ist eine Aufspaltung der Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) zu erkennen. (e) CBED Muster von reinem 4H-SiC. Aufgrund des geringen Signals der aufgespalteten Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) wurden bei allen CBED-Mustern zur besseren Darstellung der Kontrast erhöht

Die Veränderung der Größe der Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) während des Bewe-
gens der Probe (beginnend von der Oberfläche bzw. oberflächennahen Bereichen) unter dem
konvergenten Elektronenstrahl ist in den CBED-Mustern in Abb. 4-15 zu erkennen. Das Li-
nienprofil der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) verändert sich in Abhängigkeit von der Probenposition,
wobei in den oberflächennahen Bereichen und hinter dem implantierten Bereich keine Auf-
spaltung der HOLZ-Linie erfolgt. Die maximale Aufspaltung tritt dabei in dem Gebiet mit der
maximalen Fremdatomkonzentration auf.

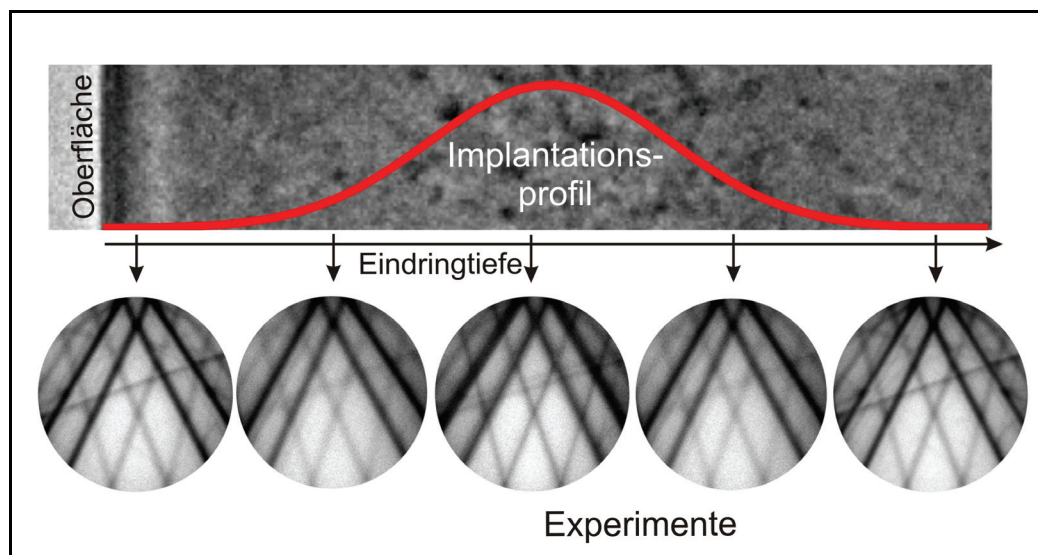


Abb. 4-15 Veränderung des Linien-Profiles der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) beim Abscannen der Pro-
be mit dem konvergenten Elektronenstrahl (senkrecht zur Oberfläche). Die Linienaufspaltung
tritt nur in den Bereichen des Maximums des Implantationsprofils auf, während davor bzw.
dahinter keine Aufspaltung sichtbar ist. Aufgrund des geringen Signals der aufgespalteten Linie
($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) wurden bei allen CBED-Mustern zur besseren Darstellung der Kontrast erhöht

Zusätzlich zur Linienaufspaltung ist eine kleine Linienverschiebung, d.h. Verschiebung des Mittelwertes der beiden Verhältnisse der gespaltenen Linie gegenüber dem Verhältnis des unbeeinflussten CBED Musters, zu messen, was in Tabelle 4-02 dargestellt ist

Dotier- element	Dotierung mittels...	Konzentration [cm^{-3}]	Linienaufspaltung		Linienverschiebung	
			R_1-R_2	Fehler	Verschiebung	Fehler
Al	CVD	$7,0 \times 10^{17}$			-0,0033	0,0010
		$9,0 \times 10^{19}$			-0,0067	0,0010
		$1,2 \times 10^{20}$			-0,0070	0,0010
Al	Ionenimpl.	$5,0 \times 10^{19}$	0,1462	0,0006	-0,0027	0,0010

Tabelle 4-02 Überblick über die Resultate der Messungen der Linienverschiebung und –aufspaltung für alle Al dotierten Proben. Die Linienverschiebung für die CVD Proben errechnet sich aus der Differenz von R_0 und R_1 , während für die ionenimplantierte Probe, wo eine Aufspaltung der HOLZ-Linie erfolgt, die Linienverschiebung sich durch die Differenz des Mittelwertes von R_1 und R_2 zum Verhältnis R_0 berechnet. Die negativen Werte für die Linienverschiebung korrespondieren mit einer Linienverschiebung aufgrund vergrößerter Gitterkonstanten. Das entspricht den Resultaten der ALCHEMI Untersuchungen zu den Gitterplatzbesetzungen von Al in 4H-SiC nach Ionenimplantation.

Die Aufspaltung kann als Einfluss des Zwischengitteratoms auf das Gitter angesehen werden, da sie bei den mittels CVD hergestellten Proben nicht auftritt. Dagegen erklärt sich die Linienverschiebung, die sowohl bei den CVD gewachsenen als auch bei den ionenimplantierten Proben auftritt, durch Gitterkonstantenänderungen aufgrund der Aufweitung bzw. Verbiegung des Gitters durch die Dotieratome auf (Zwischen-)Gitterplätzen. In Kapitel 5 wird durch Simulationen die Linienaufspaltung mit Hilfe eines Modells eines verbogenen Kristallgitters bestätigt.

Bei den CVD gewachsenen 4H-SiC kann eine Linienverschiebung (verglichen mit reinem 4H-SiC) gemessen werden, welche mit zunehmender Konzentration der Dotierung größer wird (Tabelle 4-02). Diese Linienverschiebung ist signifikant größer als bei den ionenimplantierten Proben. Diese Verschiebung kann der Veränderung der Gitterkonstante aufgrund der Substitution von Si durch Al zugeschrieben werden (Atomradius: $r_{\text{Si}} = 110 \text{ pm}$; $r_{\text{Al}} = 118 \text{ pm}$ [Cle63]), was zu einer Vergrößerung der Gitterkonstante führt und zeigt wie sensitiv CBED auf kleinste Gitterkonstantenänderungen reagiert.

Die unterschiedlichen Ausmaße der Linienverschiebung in den CBED-Mustern der Al-CVD gewachsenen bzw. Al ionenimplantierten 4H-SiC Proben kann mit der verschiedenen Gitterplatzbesetzung und den Fremdatomkonzentrationen interpretiert werden.

Die negativen Werte für die Linienverschiebung korrespondieren dabei mit einer Linienverschiebung aufgrund vergrößerter Gitterkonstanten. Das entspricht den Resultaten der ALCHEMI Untersuchungen zu den Gitterplatzbesetzungen von Al in 4H-SiC nach Ionenimplantation. Die sich durch die Gitterkonstantenänderung beschreibbare Verspannung des

Kristallgitters aufgrund des Fremdatomeintrags wird in Kapitel 5 mit Hilfe des in Kapitel 4.1.2.3. beschriebenen Verfahrens bestimmt.

4.2.2. n-Dotierung mit Phosphor

4.2.2.1. TEM-Untersuchungen

Nachfolgend wird die für den Fall von Al beschriebene und bestätigte Methode auf die Bestimmung der Gitterplatzbesetzung von Phosphor (P) ionenimplantierten 4H-SiC verwendet. Abb. 4-16 zeigt CTEM-Aufnahmen der P ionenimplantierten 4H-SiC Proben nach der Temperung für die beiden Konzentrationen von (a) $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ und (b) $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Die Kreise markieren die Bereiche, in denen die CBED-Muster aufgenommen wurden. Die TEM-Aufnahmen zeigen eine hell/dunkel Kontrastverteilung in einer Tiefe von etwa 160 nm unter der Oberfläche welche typisch ist für P-Ionenimplantationen mit Energien von 160 kV und korrespondiert mit den Gitterdefekten hervorgerufen durch den Implantationsprozess. Des Weiteren ist die Größe der defektreichen Region bei der Probe mit der geringeren Dotierung kleiner als bei der höher dotierten Probe aufgrund des um den Faktor 5 geringeren P-Gehalts.

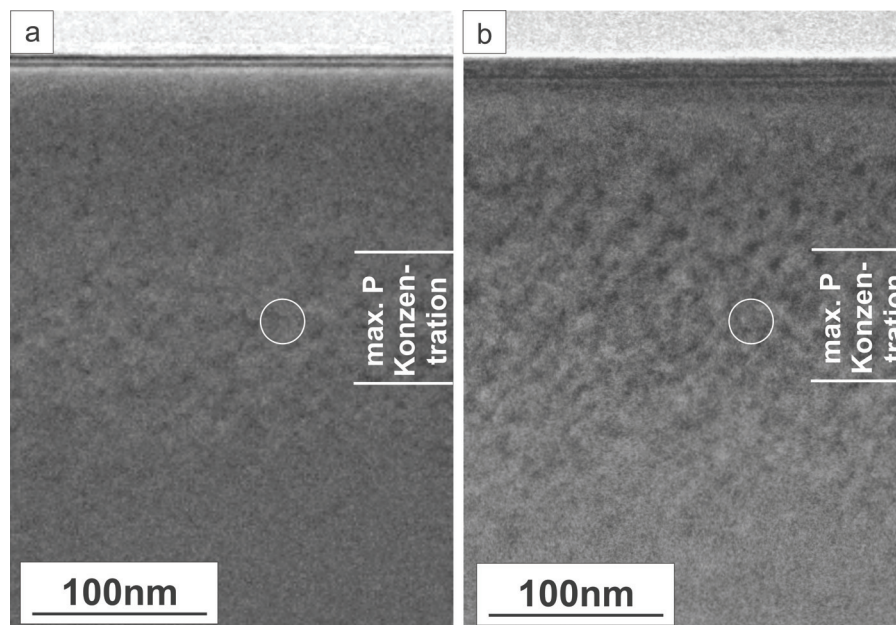


Abb. 4-16 CTEM Aufnahmen von P dotiertem 4H-SiC nach Ionenimplantation und Temperung (a) P-Konzentration $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ und (b) $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Die defektreichen Gebiete sind in beiden Aufnahmen deutlich zu erkennen.

4.2.2.2. ALCHEMI-Resultate

Die Ergebnisse der zu den Al-Proben analog durchgeführten ALCHEMI Untersuchungen sind in Abb. 4-17 dargestellt. Wie erkennbar ist, zeigen beide Graphen einen signifikanten Anstieg der relativen Peakhöhen hin zu großen Verkipfungswinkeln, welcher für die niedrig dotierte Probe, Abb. 4-17a, stärker ausfällt, als für die höher dotierte Probe in Abb. 4-17b.

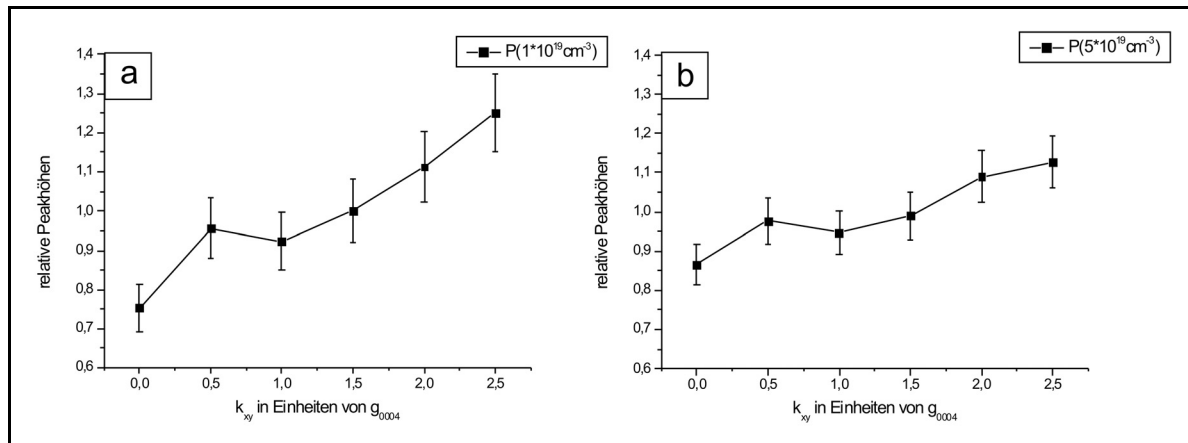


Abb. 4-17 ALCHEMI Ergebnisse von P dotiertem 4H-SiC. Abhängigkeit der normalisierten relativen Peakhöhen von der Verkipfung für beide P Konzentrationen (a): $1 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ und (b) $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Die Kurven können dahingehend interpretiert werden, dass sich P sowohl auf Si- als auch auf Zwischengitterplätzen befindet. Dabei sitzt bei der höher implantierten Probe mehr P auf Si-Plätzen im Vergleich mit der niedrig implantierten Probe. Der Messfehler beträgt etwa 7-10% und jede Kurve entspricht dem Mittelwert aus 3 Einzelmessungen

Nach dem Vergleich mit den theoretischen Anregungskurven aus Abb. 3-02 können diese Verläufe der Graphen mit dem Aufenthalt von P-Atomen auf Zwischengitterplätzen erklärt werden.

Um die unterschiedlichen Anstiege der Kurven der beiden Konzentrationen zu verstehen, wurden zwei verschiedene Modelle untersucht. Abb. 4-18 zeigt eine Überlagerung der theoretisch bestimmten Amplituden der Blochwellenanregung, Abb. 3-02, für zwei bestimmte Gitterplatzbesetzungen in Linearkombination mit a) 25% auf Si- und 75% auf Zwischengitterplätzen (Zwg) und b) 75% auf Si und 25% auf Zwischengitterplätzen.

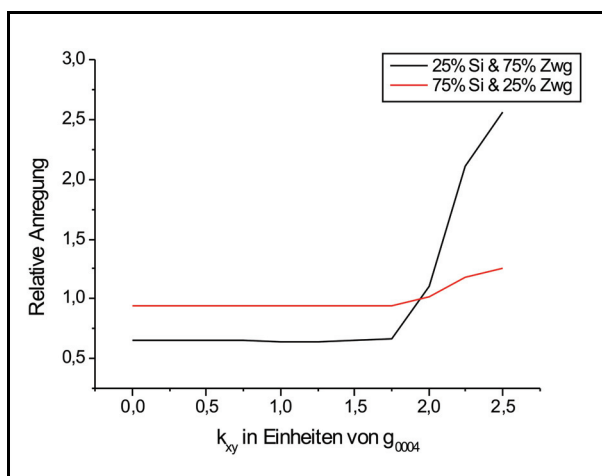


Abb. 4-18 Gewichtete Überlagerung der Anregungskurven der Blochzustände der Si-Gitterplatzbesetzung und Zwischengitterplatzbesetzung (Zwg), um die unterschiedlichen Anstiege in den experimentellen ALCHEMI-Kurven in Abb. 4-17 zu erklären.

Die Kurven in Abb. 3-02 stellen demnach die Grenzwerte dieser Überlagerung dar (für 100% Si- und 0% Zwischengitterplatz bzw. 0% Si- und 100% Zwischengitterplatz). Der Anstieg in Modell a) ist für Verkipnungen $> 1,5g_{0004}$ viel höher als in Modell b), so dass die obigen ex-

perimentellen Ergebnisse dahingehend interpretiert werden können, dass in der höher dotierten Probe der Anteil der P-Atome auf Si-Plätzen größer ist im Vergleich zu der niedrig dotierten Probe.

4.2.2.3. CBED-Resultate

Die CBED-Muster, Abb. 4-19, der $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC Zonenachse, welche in den Bereichen mit der höchsten P-Konzentration (siehe Tabelle 3-01 und Abb. 4-11) aufgenommen wurden, zeigen, dass die HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) sich wie im Fall von Al ionenimplantierten SiC aufspaltet. Das deckt sich mit der Annahme aus Kapitel 4.2.1.3., welche diese Aufspaltung als Ergebnis der Ionenimplantation ansieht.

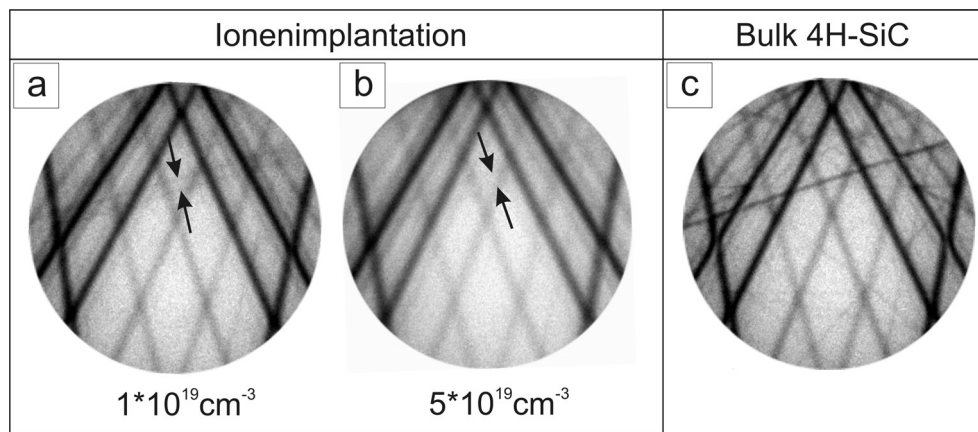


Abb. 4-19 $[120\ 80\ 1]$ CBED Muster von P ionenimplantierten 4H-SiC. In der niedrig implantierten Probe (a) ist die Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) kleiner als in der hoch dotierten Probe (b). Nach dem Vergleich mit der undotierten 4H-SiC Probe (c) hat nur eine sehr kleine Verschiebung der mittleren Position der Linie stattgefunden.

Um die Größe der Linienaufspaltung zu charakterisieren, wurden die gleichen Verhältnisse, $R_1 = \overline{AB}/\overline{AC}$, $R_2 = \overline{A'B'}/\overline{A'C'}$ (siehe Abb. 4-04 und 4-05), ausgewertet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4-03 dargestellt.

Die Analyse zeigt, dass die Linienaufspaltung mit steigender Dotierung größer wird. Die Linienverschiebung des Mittelwertes der beiden Verhältnisse steigt ebenfalls mit Erhöhung der Dotierung an und entspricht einer c-Gitterkonstantenänderung von 0,047% für $5 \times 10^{19}\text{ cm}^{-3}$ bzw. 0,012% für $1 \times 10^{19}\text{ cm}^{-3}$ (Tabelle 5-04 im Kapitel 5.3.3). Die Aufspaltung der Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{2}0$) kann hierbei analog zu den Ergebnissen für Al als Einfluss der Gitterplatzbesetzung von P auf das Kristallgitter interpretiert werden.

Dotier- element	Dotierung mittels...	Konzentration [cm ⁻³]	Linienaufspaltung		Linienverschiebung	
			R ₁ -R ₂	Fehler	Verschiebung	Fehler
P	Ionenimpl.	1x10 ¹⁹	0,1504	0,0010	0,0017	0,0020
P	Ionenimpl.	5x10 ¹⁹	0,1623	0,0010	0,0046	0,0020

Tabelle 4-03 Überblick über die Messungen der Linienverschiebung bzw. –aufspaltung für beide P Ionenimplantierten Proben. Die Verschiebung wurde mittels der Differenz von R_0 (Verhältnis nach Abb. 4-04 von reinem undotierten bulk 4H-SiC) zum Mittelwert der beiden Verhältnisse R_1 und R_2 .

Das positive Vorzeichen, im Gegensatz zum negativen Vorzeichen der Linienverschiebung bei Al dotierten 4H-SiC, könnte auf den kleineren Atomradius von P ($r_P = 98$ pm) verglichen mit Si ($r_{Si} = 111$ pm) und Al ($r_{Al} = 118$ pm) [Cle63] zurückzuführen sein, welches zu einer verringerten Gitterkonstante in c-Richtung führt.

4.2.3. Isovalente Dotierung mit Germanium

4.2.3.1. TEM- und EDX-Untersuchungen

Abb. 4-20 zeigt CTEM-Aufnahmen einer mit 1% Ge dotierten Ionenimplantierten 4H-SiC Proben. Deutlich ist die Gitterschädigung durch die hohe Dotierung, d.h. die für Ionenimplantation typische Verteilung der Kristallschädigung zu erkennen. Der Kreis kennzeichnet den Bereich in dem die CBED Untersuchungen durchgeführt wurden.

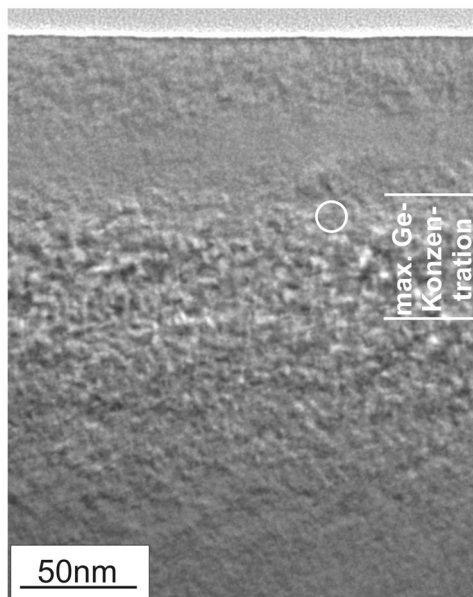


Abb. 4-20 CTEM Aufnahmen von 1% Ge Ionenimplantierten 4H-SiC. Die Gitterschädigung durch die hohen Implantationsdosen ist deutlich zu erkennen. Der aus EDX-Messungen bestimmte Bereich der maximalen Ge-Konzentration befindet sich ca. 70-90 nm unterhalb der Oberfläche. Der Kreis kennzeichnet den Bereich in dem die HRTEM-Bilder und CBED-Muster aufgenommen wurden.

Aufgrund der hohen Fremdatomkonzentration konnte ein Ge-Tiefenprofil mittels EDX bestimmt werden, welches in Abb. 4-21 dargestellt ist. Das Maximum der Konzentration der Dotieratome befindet sich demnach in einer Tiefe von 80 nm, was mit den Ergebnissen der

TRIM Berechnung übereinstimmt. Deutlich erkennbar ist die Intensitätszunahme bei konstanter Messzeit von 3 s pro Messpunkt bei Konzentrationserhöhung.

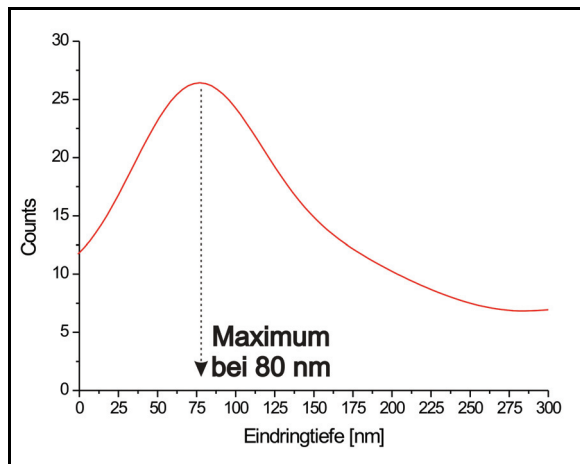


Abb. 4-21 EDX-Ge-Tiefenprofil für 1% Ge ionenimplantiertes 4H-SiC; Das Maximum der Konzentration der Dotieratome befindet sich demnach in einer Tiefe von 80 nm.

In Abb. 4-22 sind HRTEM Bilder der gestörten Bereiche dargestellt: Trotz der hohen Dotierung sind Netzebenen (Abstand: 0,252 nm = g_{0004} Reflex) zu erkennen (siehe FFTs in Abb. 4-22). Des Weiteren ist es durch FFT-Filterung der HRTEM-Aufnahmen (Abb. 4-22a) möglich einige Gitterdefekte wie zusätzliche Gitterebenen nachzuweisen (Abb. 4-22b bzw. Ausschnitte aus diesem).

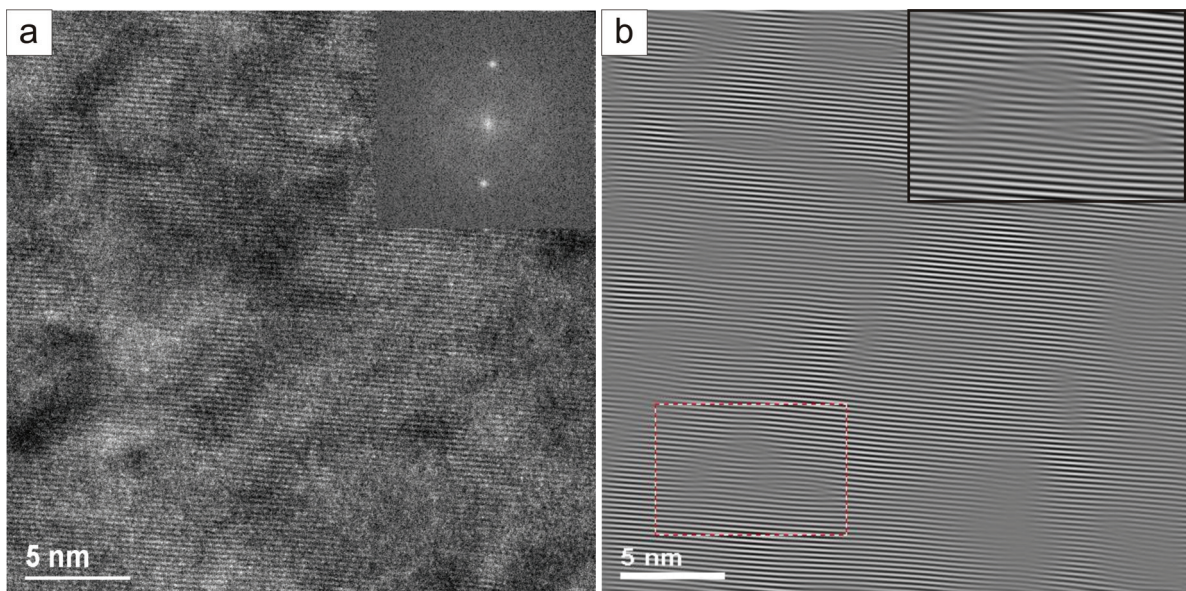


Abb. 4-22 HRTEM Bilder (und IFFT der HRTEM Bilder) des gestörten Bereichs der 1% Ge dotierten 4H-SiC Probe: In der IFFT (Bild b) sind einige Gitterfehler deutlich zu erkennen (siehe vergrößerter Ausschnitt).

4.2.3.2. ALCHEMI-Resultate

Die ALCHEMI Untersuchung, Abb. 4-23, wurde mehrfach an äquivalenten Stellen durchgeführt, um die Reproduzierbarkeit des Ergebnisses zu testen, was aufgrund der hohen Dotierung und der Lage der Ge Röntgenpeaks ($K_{\alpha 1} = 9,88642 \text{ keV}$) fernab der Matrixatome in kurzer Zeit (d.h. in wenigen Minuten Messzeit pro Messpunkt) erfolgen konnte.

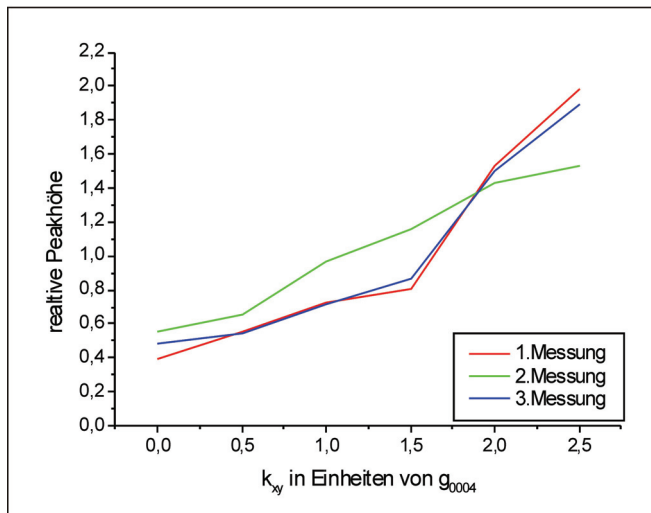


Abb. 4-23 Überblick über das ALCHEMI Ergebnis von 1% Ge ionenimplantierten 4H-SiC. Bei allen drei Messungen ist eine gemeinsame Tendenz (Zwischengitterplatz) in den Graphen erkennbar. Die Messfehler liegen im Bereich von 7-10% bei einer Messdauer von 5 Minuten/Messpunkt, wobei jede Kurve dreimal bestimmt wurde

Bei allen drei Messungen ist eine gemeinsame Tendenz (Zwischengitterplatz) in den Graphen erkennbar. Die ALCHEMI Methode ist somit bei durch Ionenimplantation eingebrachten Dotierungen von größenordnungsmäßig 1 at% noch einsetzbar.

4.2.3.3. CBED-Resultate

Für die 1% Ge ionenimplantierten 4H-SiC Probe sind die CBED-Muster in Abhängigkeit von der Position auf der Probe in Abb. 4-24 dargestellt. Deutlich erkennbar ist die starke Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) und die sichtbare Verbreiterung der ZOLZ-Linien im Bereich der maximalen Dotierungskonzentration. Die Positionen, von denen CBED-Muster aufgenommen wurden, sind mit den Ziffern markiert. Die Veränderung der Linienaufspaltung ist im Vergleich zum Verlauf bei den Ionenimplantationen bei geringerer Konzentration deutlicher ausgeprägt, so dass auch die Aufspaltung der ZOLZ-Linien zu sehen ist.

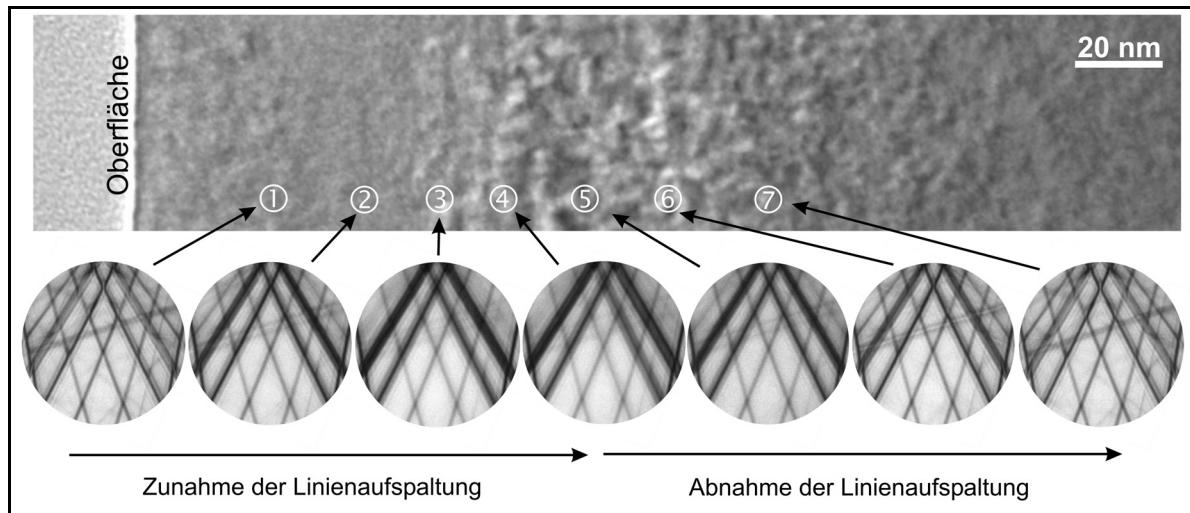


Abb. 4-24 Darstellung der $[120\ 80\ 1]$ CBED-Muster von 1% Ge ionenimplantierten 4H-SiC in Abhängigkeit von der Position auf der Probe. Deutlich erkennbar ist die starke Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\ T\ 20$) und die sichtbare Verbreiterung der ZOLZ-Linien im Bereich der maximalen Dotierungskonzentration. Die Positionen von denen CBED-Muster aufgenommen wurden sind mit den Zahlen markiert.

Tabelle 4-04 zeigt die Veränderung der Linienaufspaltung mit zunehmender Eindringtiefe gemäß Abb. 4-24.

Punkt	Linienaufspaltung		Linienverschiebung	
	Aufspaltung	Fehler	Verschiebung	Fehler
1	0,1013	0,0008	-0,0008	0,0014
2	0,1715	0,0008	-0,0028	0,0014
3	0,3039	0,0008	-0,0664	0,0013
4	0,3319	0,0008	-0,0711	0,0013
5	0,1878	0,0008	-0,0100	0,0014
6	0,1549	0,0008	-0,0026	0,0014
7	0,1026	0,0008	-0,0008	0,0014

Tabelle 4-04 Übersicht über die Linienaufspaltung und -verschiebung

Die negativen Werte für die Linienverschiebung korrespondieren mit einer Linienverschiebung aufgrund vergrößerter Gitterkonstanten analog zur Interpretation (Kapitel 4.2.1.3.) für die Al ionenimplantierten 4H-SiC Proben, aufgrund des größeren Atomradius von Ge ($r_{\text{Ge}} = 125\text{ pm}$) im Vergleich zum Radius von Silizium ($r_{\text{Si}} = 110\text{ pm}$) [Cle63].

Durch die Messung der Linienaufspaltung analog zu der von ionenimplantierten Al und P (Kapitel 4.2.1. und 4.2.2.) und dem Vergleich mit den obigen EDX-Ergebnissen kann ein möglicher Zusammenhang zwischen der angenommenen Gitterverbiegung gemäß Modell 2 (Kapitel 5.2.) und der experimentell gemessenen Linienaufspaltung aufgezeigt werden. Eine Überlagerung der beiden Ergebnisse ist in der folgenden Abb. 4-25 dargestellt:

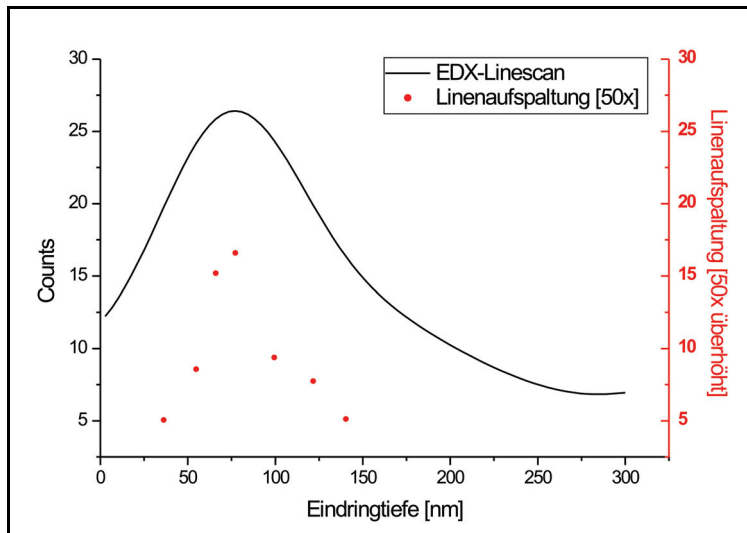


Abb. 4-25 Überlagerung der EDX-Linienscans und der gemessenen Linienaufspaltung in Abhängigkeit von der Probenposition. Deutlich erkennbar ist die Zunahme der Aufspaltung bei gleichzeitiger Zunahme der Dotierungskonzentration.

Beide Kurven zeigen einem ähnlichen Verlauf, was bedeutet, dass die Linienaufspaltung in Gebieten mit größerer Dotierungskonzentration am größten ist.

4.3. Zusammenfassung der experimentellen Ergebnisse

Die Ergebnisse der Experimente sind in der Tabelle 4-05 nochmals schematisch zusammengefasst:

	Aluminium		Phosphor		Germanium
	CVD (niedrige dosis)	Ionenimpl. (niedrige dosis)	Ionenimpl. (niedrige dosis)	Ionenimpl. (hohe dosis)	Ionenimpl. (hohe dosis)
ALCHEMI (Tendenz der Besetzung)	Si-Gitterplatz	Zwischengitterplatz	Zwischengitterplatz	Zwischengitterplatz	Zwischengitterplatz
CBED (Verhalten der HOLZ-Linie ($2\bar{1}20$))	Verschiebung	Verschiebung Aufspaltung	Verschiebung Aufspaltung	Verschiebung Aufspaltung	Verschiebung Aufspaltung
Max. Verschiebung	-0,0070 $\pm 0,0010$	-0,0027 $\pm 0,0010$	0,0173 $\pm 0,0020$	0,0464 $\pm 0,0020$	-0,0711 $\pm 0,0013$
Max. Aufspaltung	-	0,1462 $\pm 0,0010$	0,1504 $\pm 0,0010$	0,1629 $\pm 0,0010$	0,3318 $\pm 0,0010$

Tabelle 4-05 Zusammenfassung aller Ergebnisse für jede Probe. Es ist zu erkennen, dass nur bei den Ionenimplantierten Proben bei den ALCHEMI Untersuchungen die Fremdatome tendenziell auf Zwischengitterplätzen sitzen und des Weiteren eine Aufspaltung der ($2\bar{1}20$) HOLZ-Linie erfolgt. Die mittels CVD gewachsenen Proben zeigen hingegen, dass sich die Fremdatome mehrheitlich auf einem Si-Gitterplatz befinden und in den CBED-Mustern keine Linienaufspaltung auftritt.

Daraus lassen folgende Schlussfolgerungen bezüglich der Gitterbesetzung der Fremdatome ableiten:

- Bei mittels CVD dotierte Probe: Der Hauptteil der Al-Fremdatome besetzt Silizium-Gitterplatz
- Bei ionenimplantierten Proben: Der Hauptteil der Al-, P-, bzw. Ge-Fremdatome besetzt Zwischengitterplatz

Die CBED Untersuchungen der dotierten Proben zeigen demnach zwei Effekte:

- Eine Verschiebung der untersuchten Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$), deren Ursache die Verspannung infolge Veränderung der Gitterkonstante ist.
- Eine Aufspaltung dieser Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) bei den ionenimplantierten Proben, deren Ursache die inhomogene Verteilung der Dotanden in der Probe und der daraus resultierenden Verbiegung des Kristallgitters ist, wie im folgenden Kapitel 5 „Diskussion der Ergebnisse“ verifiziert wird.

Zudem ist das Ausmaß der Linienverschiebung elementabhängig: Je höher die Ordnungszahl des Fremdatoms bei gleicher Dotierdosis ist, desto größer ist die Aufspaltung (Al, P). Ähnliches trifft für die Linienaufspaltung zu: Je größer die Dotierdosis, desto größer ist die Aufspaltung bei gleichem Fremdatom (P).

5. Diskussion der Ergebnisse

5.1. Modelle

Zur Simulation der in den CBED-Experimenten gefundenen Effekte und Resultate wurden zwei verschiedene Modelle verwendet und mit unterschiedlichen Parametern berechnet:

Modell 1 (CVD-Modell):

In einem 60 nm x 60 nm x 9 nm großen 4H-SiC Modell, entlang der Zonenachse [320] orientiert, wurden die Fremdatome statistisch und mit vorgegebener Konzentration bzw. Häufigkeit auf Gitter- bzw. Zwischengitterplätze gesetzt und anschließend molekulardynamische Berechnungen durchgeführt. Ein Schema dieses Modells ist in Abb. 5-01 zu sehen, wobei jedes einzelne Quadrat schematisch einer Einheitszelle entspricht

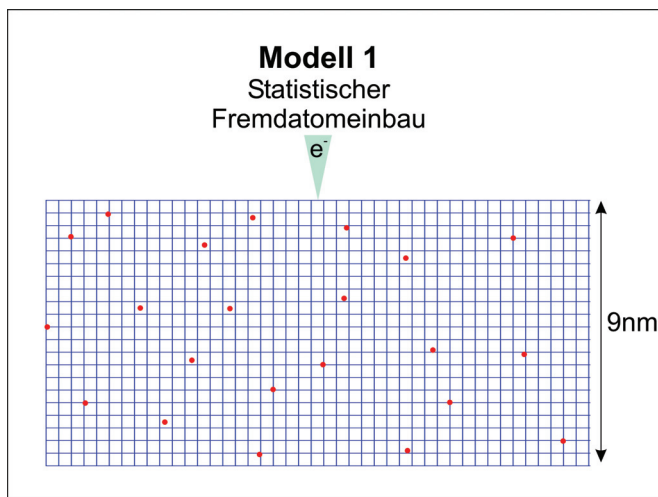


Abb. 5-01 Schema von Modell 1 (vor der MD Relaxation): Statistischer Fremdatomeinbau auf Gitterplätzen bzw. Zwischengitterplätzen

Für die Simulation von ionenimplantierten Proben ist dieses Modell, aufgrund der statistischen Gleichverteilung der Fremdatome nicht anwendbar. Vielmehr muss dieses Modell den Eigenschaften der Fremdatomverteilung von ionenimplantierten Proben angepasst werden (Abb. 5-02).

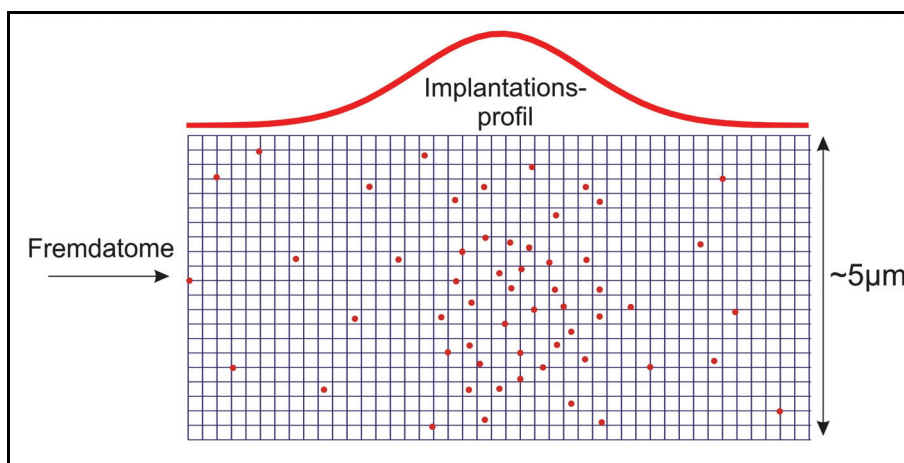


Abb. 5-02: Schema einer Fremdatomverteilung in ionenimplantierten Proben für den Fall eines bulk Materials (TEM: bulk > ~5 µm).

Bei den ionenimplantierten Proben gibt es Bereiche, die entsprechend dem Implantationsprofil mehr Fremdatome aufweisen, als andere Bereiche. Zusätzlich zu dieser Häufung von Fremdatomen in einem definierten Bereich (Abb. 5-02) kommt beim Übergang zu einer TEM-Probe (dünne Folie) nach Banhart [Ban94] noch die Verbiegung des Gitters aufgrund der zusätzlichen Atome im Gitter (Abb. 5-03) hinzu, was sich in Modell 2 (Abb. 5-04) widerspiegelt.

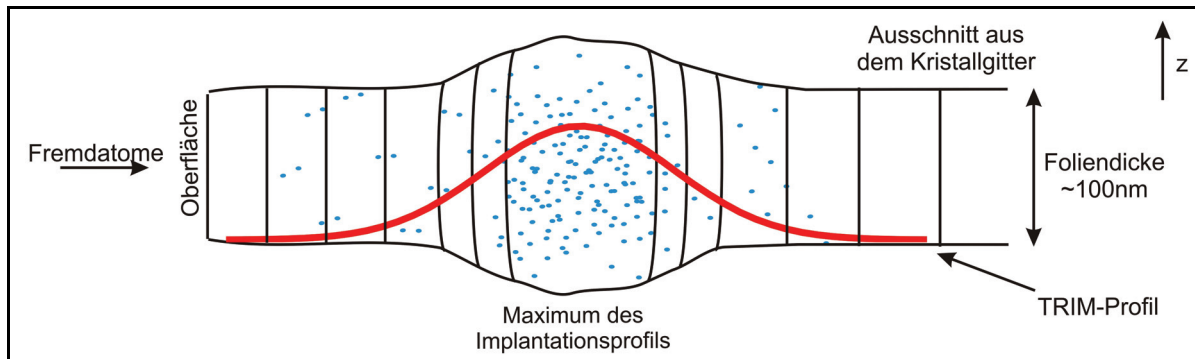


Abb. 5-03: Schema zur Verdeutlichung der Verbiegung des Gitters bei dünnen Folien infolge des hohen Gehalts von Fremdatomen in einem begrenzten Bereich um das Maximum des Implantationsprofils herum, welches zu einer Aufweitung des Gitters führt.

Modell 2 (Modell von Ionenimplantation, dünne Folie):

Es wurde ein 60 nm x 60 nm x 200 nm großes 4H-SiC-Modell entlang der Zoneachse [320] orientiert mit einer Verbiegung des Gitters orthogonal zum Elektronenstrahl (entlang der x-Koordinatenrichtung) erzeugt (siehe Abb. 5-04). Für die Erzeugung der Modellverbiegung wurde folgende Formel herangezogen:

$$x' = x_0 - \alpha * \cos(\pi * (z - 0.5)) / A \quad (40)$$

mit x' = neue relative x-Koordinate x_0 = relative Ausgangs x-Koordinate; z = relative z-Koordinate, A = Modellausdehnung in x-Richtung [nm], α = Gitterverbiegungswert [nm]

Dieses Modell berücksichtigt nur die in Abb. 5-03 dargestellte, d.h. durch die Fremdatome hervorgerufene Verbiegung des Gitters. Es beinhaltet selbst kein zusätzliches Fremdatom.

An diesem Modell wurden aufgrund der sehr hohen Anzahl von Atomen des Gesamtmodells und der begrenzten Möglichkeiten des MD-Programms keine MD-Simulationen durchgeführt.

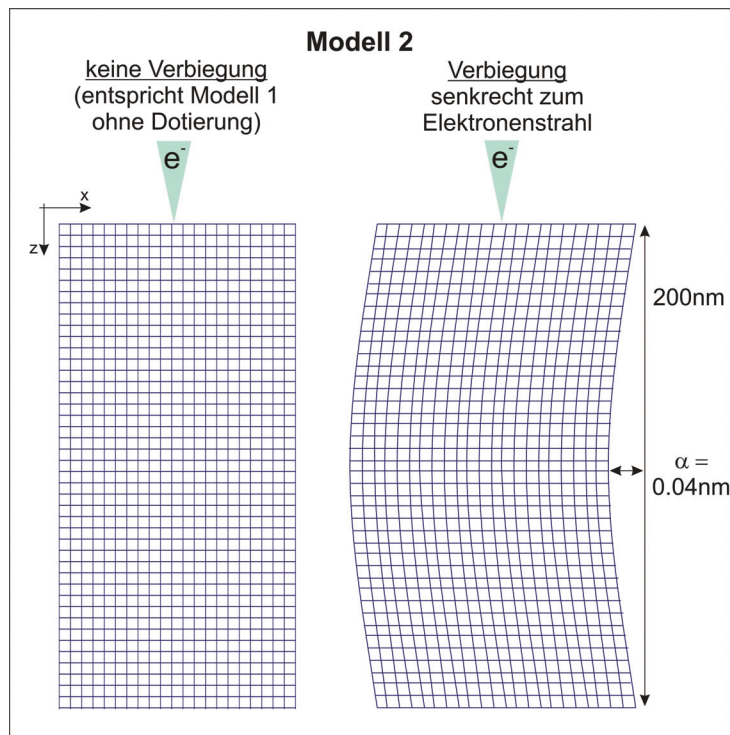


Abb. 5-04 Schema von Modell 2:
Gitterverbiegung ohne zusätzlichen Fremd-
atomeinbau

5.2. Simulationsparameter

Anhand der Dotierungsparameter der untersuchten Proben und der durch die ALCHEMI-Untersuchung bestimmten wahrscheinlichsten Gitterplatzbesetzung der Dotanden, Abb. 4-12, 4-13 bzw. 4-17, wurden die Simulationsparameter ausgewählt. Diese sind in der folgenden Tabelle 5-01 dargestellt:

<u>Parameter</u>	<u>Modell 1</u>	<u>Modell 2</u>
Fremdatomkonzentration [at%]	0,01	-
Gitterverbiegungswert α [nm]	-	0,01 – 0,06
Anzahl der Atome im Ausgangsmodell	$3,18 \times 10^6$	$70,94 \times 10^6$
<u>Molekulardynamik</u>		
Periodische Randbedingungen in ...	z-Richtung	-
Anzahl der Zeitschritte	2500	-
Größe der Zeitschritte	1 ps	-
<u>CBED-Simulationen</u>		
Beschleunigungsspannung [kV]	200	
Konvergenzwinkel (bei 200kV) [nm ⁻¹]	2	
Berechnete Bildgröße [Pixel]	6144 x 6144 (6k x 6k)	
Berechnete Probendicken [nm]	50; 100; 150; 200	
Strahlverkipfung [mrad]	34	
Defocus [μm]	0	
Sphärische Aberration C_s [mm]	0	

Tabelle 5-01 Überblick über die verwendeten Simulations- und Modellparameter. Die z-Richtung des Kristalls entspricht der Richtung des Elektronenstrahls.

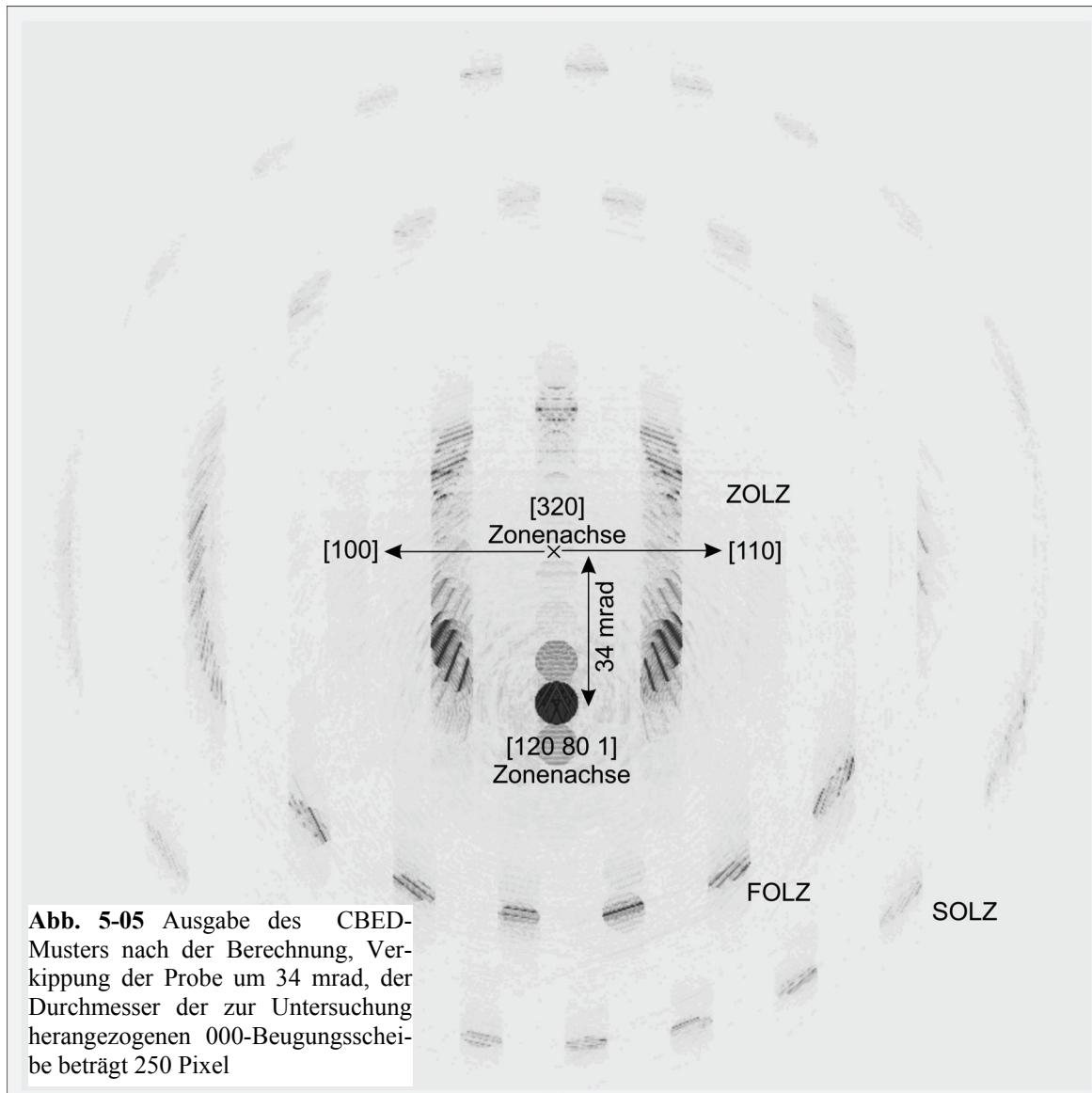
Die unterschiedliche Anzahl der Atome für beide Modelle ist auf die unterschiedliche Größe der Modelle zurückzuführen. Bei Modell 2 muss aufgrund der Gitterverbiegung die gesamte zu berechnende Probendicke als Modell vorliegen, während bei Modell 1 die gesamte Probendicke durch n-fache wiederholte Berechnung des Startmodells mit der (n-1)-ten Austrittswelle erreicht wird (für 200 nm: $n = 22$).

5.3. Ergebnisse der Simulationen

Mit Hilfe von in unserer Arbeitsgruppe neuentwickelten Programmen zur MD- und CBED-Multislice-Simulation wurden die Parameter aus Kapitel 5.2. verwendet, um CBED-Muster gemäß den Modellen 1 und 2 zu berechnen. Aufgrund der fehlenden MD-Potenziale für Al und P sind die Ergebnisse nicht unmittelbar mit den Experimenten vergleichbar. Deshalb können nur tendenziellen Aussagen bzw. Bestätigungen für mögliche Interpretationen getätigt werden. Für die MD Simulationen wurde daher auf existierende Potenziale von Ge (bzw. Si für Zwischengitterpositionen) zurückgegriffen. Bei den CBED Multislice-Berechnungen wurden hingegen mit den Streufaktoren von Al bzw. P gerechnet.

Die Vergleichbarkeit der Resultate ist dahingehend gewährleistet, dass nur die CBED-Muster hinsichtlich Linienverschiebung bzw. -aufspaltung innerhalb von Simulation bzw. Experiment verglichen wurden. Die Vergleichbarkeit der Simulation mit dem Experiment ergibt sich aus der Bestimmung von Verhältnisänderungen bzw. der Differenzen von Linienpositionen, relativ zu den Linienpositionen bzw. Verhältnissen in undotierten reinem 4H-SiC, wie in den Tabellen 4-02, 4-03 und 4-04 dargestellt ist. Da eine Variation der Beschleunigungsspannung des TEM zu einer linearen Änderung der verwendeten Verhältnisse führt (Abb. 2-10, 2-21) und die Differenz der Verhältnisse nicht beeinflusst (weil die veränderte Beschleunigungsspannung auch das CBED-Muster des reinen 4H-SiC Kristalls beeinflusst), sind die im Experiment und Simulation gemessenen Differenzen miteinander vergleichbar.

In Abb. 5-05 ist das Ergebnis einer solchen CBED Multislice-Berechnung für die $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC Zonenachse in ihrer Gesamtheit zu sehen. Zur besseren Darstellbarkeit wurde das Beugungsbild invertiert. Deutlich sind die 000-Beugungsscheibe der $[120\ 80\ 1]$ Zonenachse mit den deficient-HOLZ-Linien und die dazugehörenden access-Linien in ZOLZ und FOLZ-Reflexen zu erkennen.



5.3.1. Resultate Modell 1

Zu Beginn wurden zwei Modelle mit identischer Anzahl/Konzentration von Fremdatomen aber unterschiedlicher Verteilung dieser Atome innerhalb des Gitters erzeugt, um die Anwendbarkeit des Programms *Musli* zu testen. Diese vergleichenden Berechnungen haben identische CBED-Muster hervorgebracht, so dass die Anwendbarkeit der neu programmierten Software hinsichtlich der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse bei vergleichbaren Parametern bewiesen wurde. Daraufhin wurden, um die Tendenzen der Linienverschiebung zu ermitteln, Modelle mit der höchsten experimentellen Fremdatomkonzentration erstellt, wobei die Fremdatome gemäß der Ergebnisse der ALCHEMI-Untersuchungen auf Zwischengitterplätzen bzw. Si-Gitterplätzen gesetzt wurden, statisch MD-relaxiert und CBED-Muster simuliert.

Das Ergebnis für die CBED-Simulationen gemäß Modell 1 ist in der folgenden Abb. 5-06 zu erkennen:

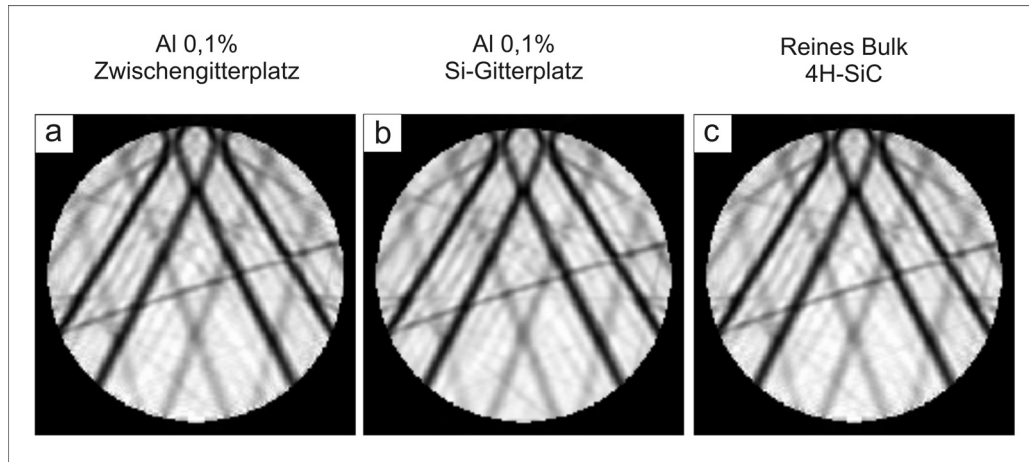


Abb. 5-06 Ergebnisse der CBED-Simulationen für verschiedene Gitterpositionen für die maximale Fremdatomkonzentration von etwa 0,1% (5×10^{19} - $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$). Die HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) ist verglichen mit reinem undotiertem 4H-SiC (c) leicht zu höheren Gitterkonstanten verschoben (siehe Tabelle 5-02)

Die Position der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) bezüglich derer in reinem undotiertem $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC ist leicht zu höheren Gitterkonstanten hin verschoben. Diese Verschiebung ist sehr gering (siehe Tabelle 5-02) im Vergleich zu den experimentellen Ergebnissen (siehe Tabelle 4-02). Sie entspricht einer Gitterkonstantenänderung von etwa 0,02%

Dotier- element	Gitterbesetzung	Konzentration	Linienverschiebung	
			Verschiebung	Fehler
Al	Si-Gitterplatz	0,1% (10^{20} cm^{-3})	-0,0014	0,0011
Al	Zwischengitterplatz	0,1% (10^{20} cm^{-3})	-0,0010	0,0009

Tabelle 5-02 Ergebnisse für die Verschiebung der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) in den simulierten CBED-Mustern. Die Verschiebung ist sehr gering (etwas größer als der Messfehler), zwar kleiner als die experimentell bestimmte aber die Tendenz, dass die Linienverschiebung für Al auf Si-Gitterplätzen größer ist als für Al auf Zwischengitterplätzen, konnte bestätigt werden.

Des Weiteren fällt die Linienverschiebung in den Simulationen deutlich geringer aus als in den Experimenten, was sich durch Einschränkungen (keine Tersoff-Potenziale für Al bzw. P) bei der statischen MD-Simulation erklären lassen könnte. Allerdings konnte die Tendenz, dass die Linienverschiebung für Al auf Si-Gitterplätzen größer ist als für Al auf Zwischengitterplätzen bestätigt werden.

5.3.2. Resultate Modell 2

Abb. 5-07a und 5-07b zeigen die Veränderung des CBED-Musters und der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) bei Vergrößerung des Gitterverbiegungswertes α . Beim Erhöhen von α nimmt die Halbwertsbreite der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) bis $\alpha = 0,02$ nm zu, worauf eine in den Intensitätsprofilen deutlich erkennbare Aufspaltung der HOLZ-Linie bei konstanter Halbwertsbreite erfolgt. Die Zunahme der Halbwertsbreite für geringe Gitterverbiegungswerte α kann dahingehend interpretiert werden, dass die Aufspaltung der Linien noch so gering ist, als dass diese durch die Simulation getrennt werden kann.

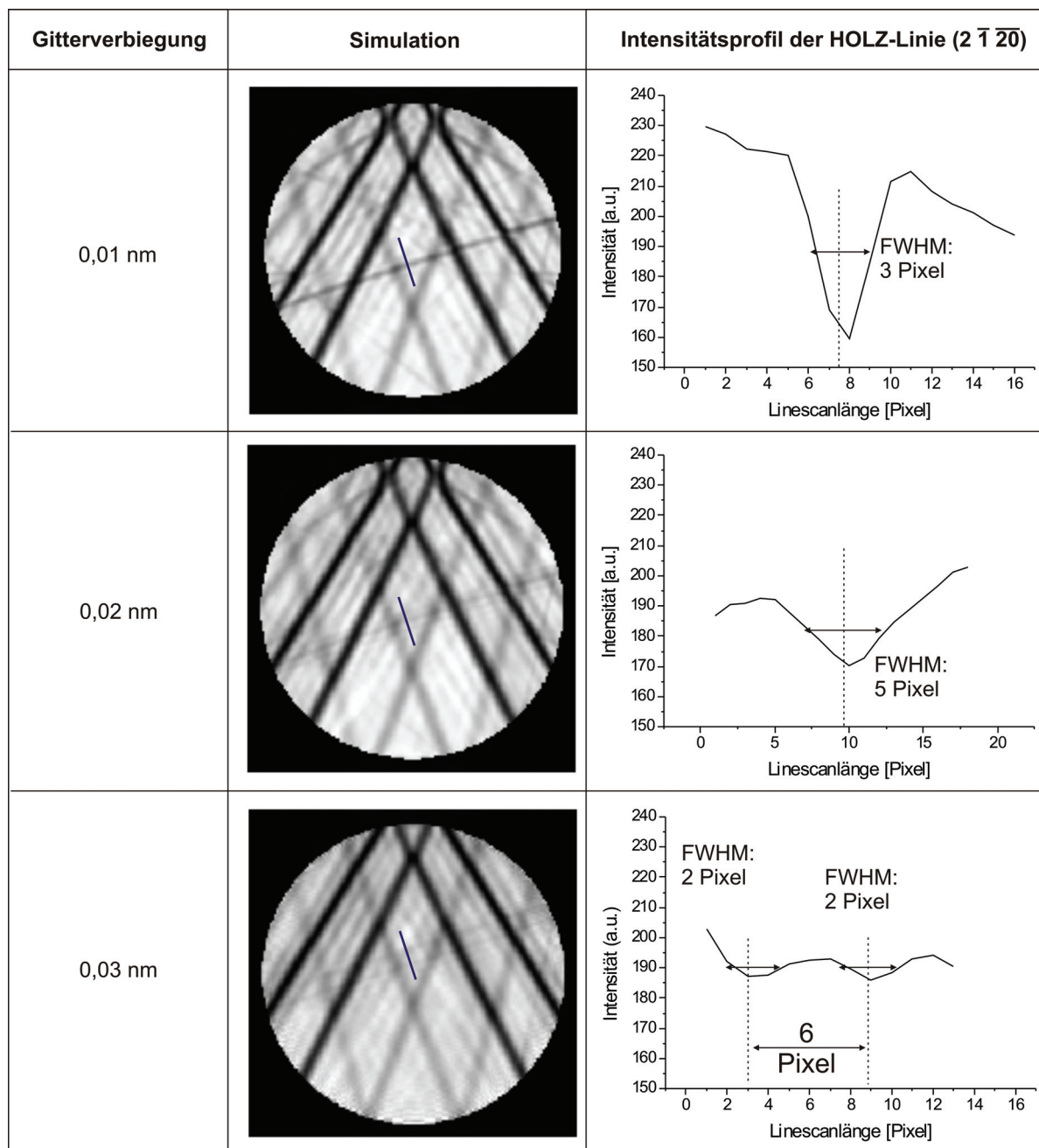


Abb. 5-07a Veränderung des CBED-Musters von $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC bzw. der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) bei Erhöhung des Gitterverbiegungswertes α . Deutlich ist die anfängliche Linienverbreiterung mit darauf folgender (größer werdender) Aufspaltung zu erkennen (siehe Linienscans).

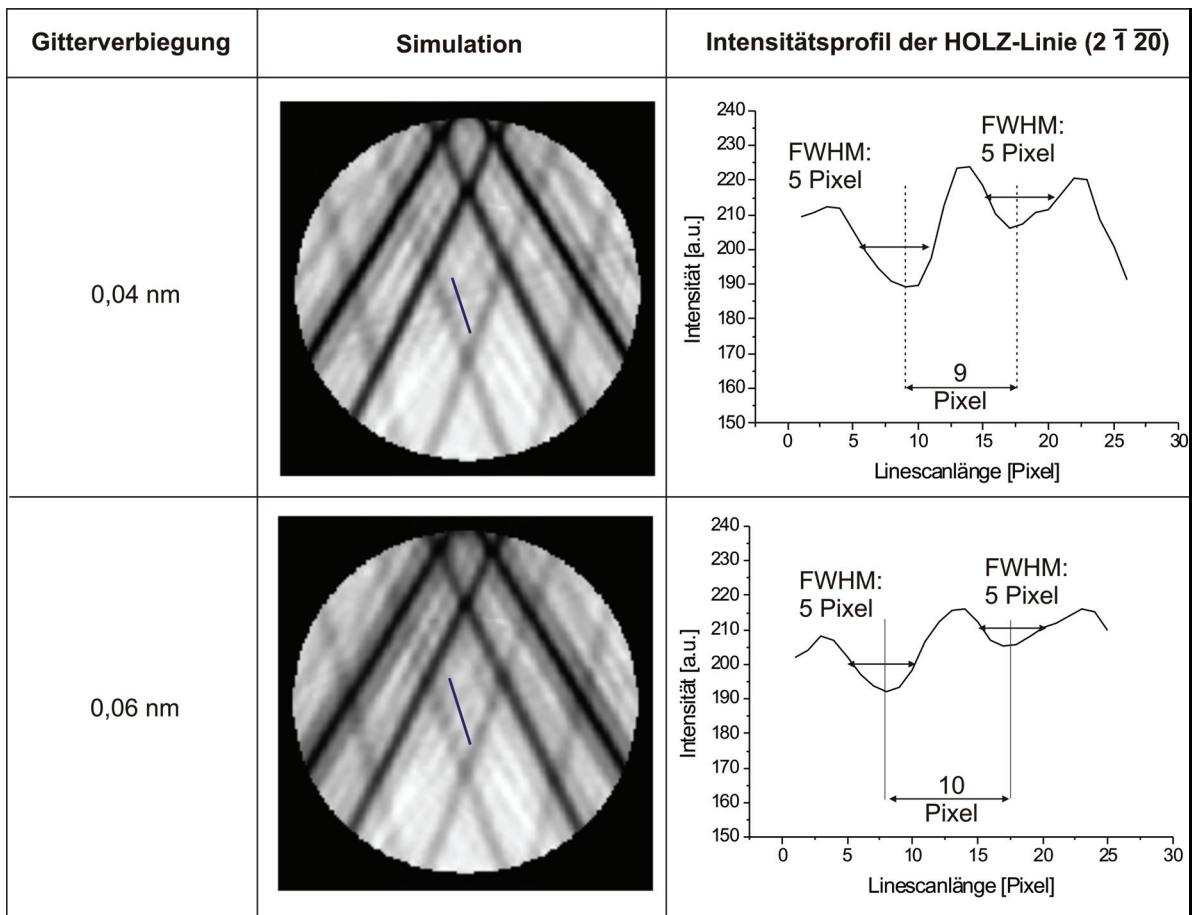


Abb. 5-07b Veränderung des CBED-Musters von $[120\ 80\ 1]4\text{H-SiC}$ bzw. der HOLZ-Linie ($2\bar{1}\bar{2}0$) bei Erhöhung des Gitterverbiegungswerte $\alpha > 0,03\text{nm}$. Deutlich ist die größer werdender Linienaufspaltung zu erkennen (siehe Linienscans).

Die Ergebnisse der Messung der Linienaufspaltung bzw. -verschiebung für die verschiedenen Gitterverbiegungswerte α sind in der folgenden Tabelle 5-03 (sortiert nach der Größe der Linienaufspaltung) dargestellt.

	Experiment	Simulation	Linienaufspaltung		Linienverschiebung	
Dotier-element	Dotierung $[\text{cm}^{-3}]$	Gitterverbiegung α [nm]	Aufspaltung	Fehler	Verschiebung	Fehler
		0,01			0,0002	0,001
		0,02			0,0000	0,001
		0,03	0,1442	0,020	-0,0003	0,001
Al	5×10^{19}		0,1462	0,001	-0,0027	0,001
P	1×10^{19}		0,1504	0,001	0,0017	0,002
		0,04	0,1619	0,020	0,0001	0,001
P	5×10^{19}		0,1629	0,001	0,0046	0,002
		0,06	0,1809	0,020	0,0002	0,001

Tabelle 5-03 Vergleich der aus experimentellen CBED-Mustern bestimmten Linienaufspaltungen (ionenimplantierte Proben) mit den Ergebnissen aus den Simulationen gemäß Modell 2 für verschiedene Gitterverbiegungswerte α . Die Resultate von Al und P stimmen am besten mit den Ergebnissen für einen Gitterverbiegungswert von 0,03 nm bzw. 0,04 nm (P: $5 \times 10^{19} \text{cm}^{-3}$) überein.

Vergleicht man die größte Linienaufspaltung in den experimentellen CBED-Mustern mit den verschiedenen simulierten Mustern, so liegt eine Übereinstimmung hinsichtlich der Aufspaltung für einen Gitterverbiegungswerte α von 0,03 nm bzw. 0,04 nm ($P: 5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) vor. Die Linienverschiebung wird allerdings durch das Modell nicht berücksichtigt, sodass dies in zukünftigen Arbeiten berücksichtigt werden sollte.

Abb. 5-08 zeigt die graphische Gegenüberstellung der Ergebnisse der Tabelle 5-03, der Abb. 4-15 und Abb. 5-07.

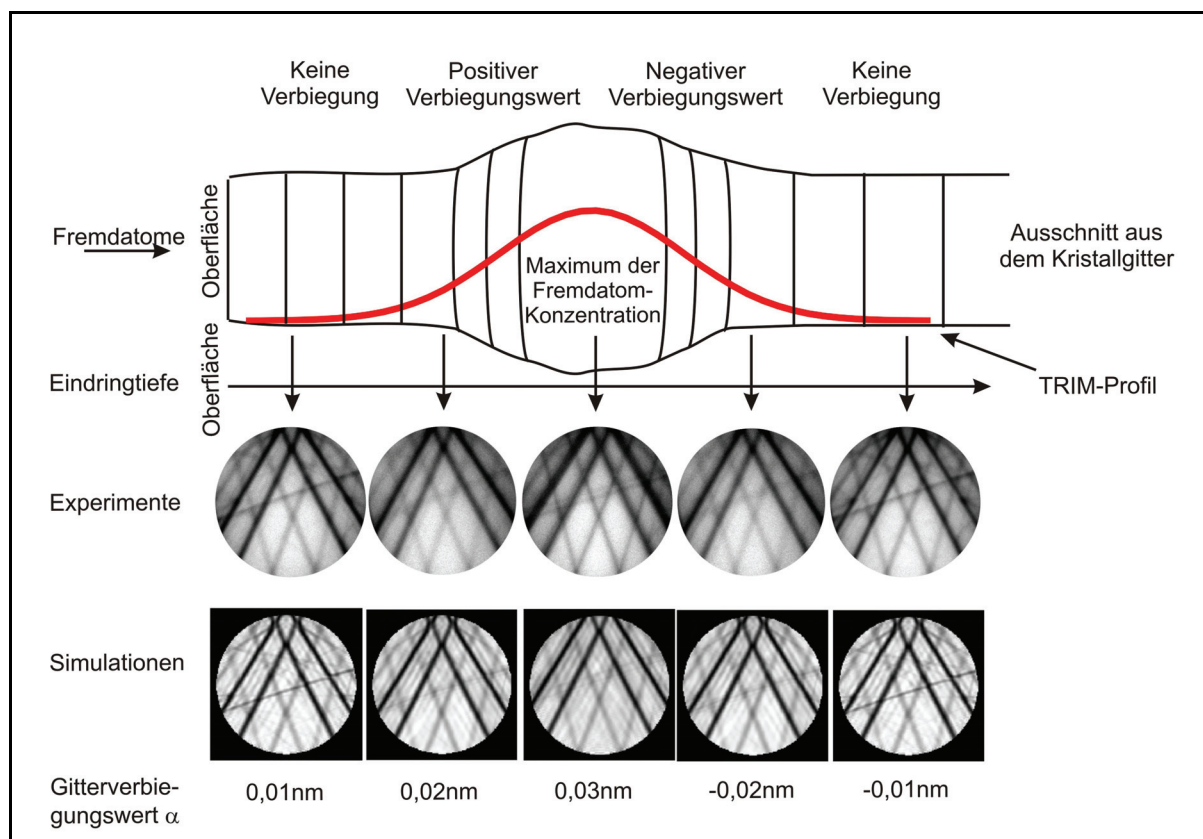


Abb. 5-08 Mögliche Erklärung der festgestellten Gitterverbiegung durch den Vergleich mit entsprechenden Simulationen. Eine Übereinstimmung von Experiment und Simulation ist bei Gitterverbiegungswerten von 0,03 nm bis 0,04 nm erreicht.

In den Bereichen mit einer merklichen Fremdatomkonzentration nimmt die Gitterverbiegung aufgrund der Mehrzahl an Atomen zu, während sie vor bzw. hinter diesem Maximum abnimmt bzw. nicht nachgewiesen werden kann, was zu einer Abnahme der Linienaufspaltung führt. Die CBED-Muster mit positivem bzw. negativem Gitterverbiegungswert unterscheiden sich aus Symmetriegründen nicht voneinander.

5.3.3. Ergebnisse der Gitterkonstantenänderung

Die sich aus den Experimenten ergebenden Verschiebungen der $(2\bar{1}\bar{2}0)$ Linie und die daraus resultierende Änderung des Verhältnisses R wurden, wie in Kapitel 4.1.2.3. dargelegt, zur Bestimmung der Gitterkonstanten c verwendet. Diese Änderung kann als Verspannung des Kristalls durch den Eintrag von Fremdatomen verstanden werden. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in der folgenden Tabelle 5-04 dargestellt.

	Aluminium		Phosphor		Germanium
	CVD (niedrige Dosis)	Ionenimpl. (niedrige Dosis)	Ionenimpl. (niedrige Dosis)	Ionenimpl. (hohe Dosis)	Ionenimpl. (hohe Dosis)
CBED (Verhalten der HOLZ-Linie $(2\bar{1}\bar{2}0)$)	Verschiebung	Verschiebung Aufspaltung	Verschiebung Aufspaltung	Verschiebung Aufspaltung	Verschiebung Aufspaltung
max. Verspannung [%]	-0,0942 ± 0,0007	-0,0416 ± 0,0007	0,0121 ± 0,0007	0,0476 ± 0,0007	-0,8697 ± 0,0008

Tabelle 5-04 Zusammenstellung der Ergebnisse der CBED Untersuchungen der Experimente von alle Proben und den Ergebnissen der Bestimmung der Verspannung der Proben durch die Fremdatome

Zusätzlich zu den Ergebnissen, die zu Tabelle 4-08 hinsichtlich des Verhaltens der $(2\bar{1}\bar{2}0)$ Linie für verschiedene Wachstums- bzw. Dotierparameter diskutiert wurden, kann an den Werten für die Verspannung folgendes abgelesen werden:

- Die Verspannung ist beim Einbau von Fremdatomen auf Si-Gitterplätzen (CVD) größer als beim Einbau auf Zwischengitterplätzen bei vergleichbaren Fremdatomkonzentrationen (Al, P)
- Bei Erhöhung der Implantationsdosis erhöht sich ebenfalls die Verspannung im Kristall (Al, P, Ge)

Da diese Verspannungswerte aus den experimentellen Werten der Linienverschiebung berechnet wurden, ist die Interpretation analog zu der zu Tabelle 4-05:

Die durch den Prozess der Ionenimplantation hervorgerufene Verspannung des Kristallgitters ist elementabhängig: Je höher die Ordnungszahl des Fremdatoms bei gleicher Dotierdosis ist, desto größer ist die Verspannung (Al, P). Und je größer die Fremdatomkonzentration ist, desto größer ist die Verspannung des Kristalls.

6. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Im Rahmen dieser Arbeit konnte nachgewiesen werden, dass die Bestimmung der Gitterplatzbesetzung mit Hilfe der transmissionselektronenmikroskopischen Methoden ALCHEMI (atomic location by channeling enhanced microanalysis) und CBED (convergent beam electron diffraction) möglich ist. Dies wurde an Al, P und Ge dotierten 4H-SiC gezeigt.

Dazu wurden mit der Transmissionselektronenmikroskopie Proben von ionenimplantierten bzw. mittels CVD hergestellten p-, n- und isovalent dotierten Siliziumkarbid untersucht.

Dabei sind drei Arbeitsfelder der Transmissionselektronenmikroskopie eingesetzt worden: Die Probenpräparation, die Anwendung experimenteller analytischer Methoden sowie die Berechnung von Modellen zur CBED-Simulation.

Die methodischen Arbeiten betrafen zum einen die Verfeinerung der Auswertemethode von schwachen Röntgenpeaks von Elementen in der direkten Umgebung von Matrix-Röntgenpeaks für ALCHEMI. Damit wurde es möglich, durch Entfaltung der überlagerten Peaks Informationen über die Peakhöhen selbst schwacher Röntgensignale zu erhalten, so dass die ALCHEMI Methode auf Dotierungen von weit unter 1 at% angewendet werden konnte. Zum anderen wurde es unter Anwendung unserer neuen Simulationssoftware *Musli* erstmals möglich, CBED Muster von unperfekten (durch hohe Fremdatomkonzentrationen verbogenen) Modelle mit der Multislice-Methode zu simulieren. Die neue Software wurde ebenfalls hinsichtlich der Größe der zu berechnenden Modelle getestet. Sie erlaubt Modelle bis zu einer Gesamtzahl von mehr als drei Millionen Atomen CBED Muster mit vorhergehender MD-Simulationen zu berechnen.

Mit diesen Methoden und der neuen Simulationssoftware konnten somit die Gitterplatzbesetzung von geringen p- und n-Dotierungen (Al bzw. P) in 4H-SiC mittels ALCHEMI bestimmt und deren Auswirkungen auf die CBED-Muster untersucht und simuliert werden.

Die Auswertung der ALCHEMI Untersuchungen ergab dabei, dass sich für den Fall der Al Dotierung während des CVD Wachstums von 4H-SiC die Fremdatome in ihrer Mehrzahl auf Si-Gitterplätzen befinden. Währenddessen konnte nachgewiesen werden, dass sich tendenziell die Mehrzahl der Fremdatome bei der Ionenimplantation auf Zwischengitterplätzen befindet. Darüber hinaus findet bei den P ionenimplantierten Proben bei Erhöhung der Dotierungskonzentration eine Änderung der wahrscheinlichsten Gitterplatzbesetzung, vom Zwischengitterplatz bei geringer Dotierung hin zu stärkerer Besetzung von Si-Gitterplätzen statt. Bei sehr hoher Dotierung, wie im Fall von Ge, befindet sich die Mehrzahl der Fremdatome auf einem Zwischengitterplatz.

Bei den MD-Simulationen von Modellen mit Fremdatomen auf unterschiedlichen Gitterplätzen konnten aufgrund fehlender Tersoff-Potenziale die Berechnungen nicht mit den im Experiment verwendeten Elementen durchgeführt werden. Es wurde bei der MD Simulation auf die verfügbaren Potenziale von Ge bzw. Si zurückgegriffen, während für die CBED-Berechnungen wieder die Original-Atome verwendet wurden. Aus diesem Grund konnte mit den CBED-Simulationen keine komplette Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Experimente erzielt werden. Dennoch konnte gezeigt werden, dass diese Vorgehensweise die Bestimmung der Tendenz in der Gitterkonstantenänderung in den Experimenten ermöglicht.

In den CBED-Mustern der $[120\ 80\ 1]$ 4H-SiC Zoneachse wurden Unterschiede in der Linienposition bzw. der Gestalt der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{20}$) gemessen. So spaltete sich diese Linie nur bei den ionenimplantierten Proben auf, wobei gezeigt wurde, dass die Größe der Aufspaltung von der Fremdatomkonzentration und dem implantierten Element (Ordnungszahl) abhängt (Tabellen 4-02 - 4-04). Dieser Effekt der Linienaufspaltung konnte mit einem entsprechenden Modell einer durch den Prozess der Ionenimplantation hervorgerufenen Gitterverbiegung (Kapitel 5.1, Abb. 5-04) simuliert werden. Der Nachteil dieses Modells ist die ungenügende Reproduktion der experimentell bestimmten Gitterkonstantenänderung. Dazu sollte das Modell in weiteren Arbeiten hinsichtlich der Gitterkonstantenänderung aufgrund der zusätzlichen Fremdatome verfeinert werden.

Die vorgenannten Simulationen zeigen eine Vergrößerung der Aufspaltung der HOLZ-Linie ($2\ \bar{1}\ \bar{20}$) mit wachsender Verbiegung des Gitters (Abb. 5-07). Die Linienverschiebung als Zeichen einer Gitterkonstantenänderung in c-Richtung kann hierbei als Maß für die Verspannung des Kristallgitters aufgrund der zusätzlich eingebrachten Fremdatome angesehen werden. Damit wurden Verspannungen von bis zu 0,9% im Fall der 1at% Ge ionenimplantierten 4H-SiC bestimmt. Des Weiteren konnte nachgewiesen werden, dass für eine Dotierung von 1 at% Ge noch reproduzierbare verwertbare Resultate bei ALCHEMI und CBED zu erhalten sind. Ebenso konnte das Modell des verbogenen Gitters auch hier angewendet werden, um den Effekt der Linienaufspaltung zu simulieren (Abb. 4-24, 4-25).

Schlussfolgernd kann angemerkt werden, dass die vorgestellten TEM-Analyse- und Simulationstechniken ebenfalls auf andere Materialien bzw. Materialsysteme anwendbar sind. Die Verwendbarkeit der MD-Simulation als Teil dieses Programms zur Bestimmung von relaxierten Atompositionen setzt jedoch die Kenntnis der entsprechenden Potenziale für andere Systeme wie z.B. GaAlAs voraus, was bis jetzt die Verwendung bestimmter Dotierelemente (P, Ga, As, Al) verhindert.

7. Literaturverzeichnis

- [Aca05] T. Acatürk, K. Semmelroth, G. Pensl, S. E. Saddow und U. Starke, „Concentration of N and P in SiC investigated by Time-Of-Flight Secondary Ion Mass Spectroscopy (TOF-SIMS)“, Mat. Science Forum Vol. 483-485, 453 (2005)
- [Aka04] T. Akaogi, K. Tsuda, M. Terauchi und M. Tanaka, „Lattice parameter determination of a strained area of an InAs layer on a GaAs substrate using CBED“, J. Electron Microscopy 53(1), 11 (2004)
- [And90] R. Anderson (Herausgeber), „Specimen preparation of Transmission electron microscopy of materials II“, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. V 199, Pittsburgh (1990)
- [Arm05] A. Armigliato, R. Balboni, und S. Frabboni, „Improving spatial resolution of convergent beam electron diffraction strain mapping in silicon microstructures“, Appl. Phys. Lett. 86, 063508 (2005)
- [Ban94] F. Banhart, „Strains in crystals with amorphous surface films studied by convergent beam electron diffraction and high-resolution imaging“, Ultramicroscopy 56, 233 (1994)
- [Bar92] Á. Barna, „Topographic kinetics and practice of low energy ion beam thinning“, Materials Research Society Proc. 254, 3-10 (1992)
- [Bar93] A. Baronnet, „Polytypism and stacking disorder“ in „Minerals and Reactions at the Atomic Scale: Transmission Electron Microscopy“, Mineralogical Society of America, 231 (1993)
- [Bau12] H. Baumhauer, „Über die verschiedenen Modifikationen des Carborundums und der Erscheinung der Polytypie“, Zeitschrift für Kristallographie 50, 33 (1912)
- [Bet92] H. Bethge und J. Heydenreich, „Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik“, Springer Verlag, Berlin (1992)
- [Bha93] M. Bhatnagar und B. J. Balig, „Comparison of 6H-SiC, 3C-SiC and Si for power devices“, IEEE Transactions on Electron Devices 40, 645 (1993).
- [Bis04] J. Biskupek, „Charakterisierung von Nanokristallen in Siliziumkarbid mittels Transmissionselektronenmikroskopie“, Dissertation Friedrich-Schiller Universität Jena, 2004
- [Boc01] M. Bockstedte, A. Mattausch und O. Pankratov, „Boron in SiC: Structure and Kinetics“, Mater. Sci. Forum, 353-356, 447 (2001)
- [Bok00] R. M. Bokel, F. D. Tichelaar und F. W. Schapink, „Effect of electron beam parameters on simulated CBED patterns from edge-on grain boundaries“, J. Microscopy 197, 52 (2000)
- [Bor41] G. Borrmann „Über Extinktionsdiagramme von Quarz“, Physikalische Zeitschrift 42 (9/10), 157 (1941)

- [Bra00] H. Bracht, N. A. Stolwijk, M. Laube und G. Pensl, „Diffusion of boron in silicon carbide: Evidence for the kick-out mechanism”, *Appl. Phys. Lett.* 77, 3188 (2000)
- [Car85] E. D. Carter und P. R. Buseck, „Mechanism of decomposition of dolomite $\text{Ca}_{0.5}\text{Mg}_{0.5}\text{CO}_3$ in the electron microscope“, *Ultramicroscopy* 18, 241 (1985)
- [Car99] C. H. Carter jr., V. F. Tsvetkov, R. C. Glass, D. Hensdall, M. Brady, S. G. Müller, O. Kordina, K. Irvine, J. A. Edmond, H. Kong, R. Singh, S. T. Allen, J. W. Palmour, „Progress in SiC: From material growth to commercial device development”, *Mater. Sci. Engl. B* 61-62, 1 (1999)
- [Cha84] H. M. Chan, M. P. Hammer, M. Lal und P. M. Smyth, „Calcium Site Occupancy in BaTiO_3 “, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 31, 345 (1984).
- [Cho04] W. J. Choyke, H. Matsunami und G. Pensl (Herausgeber), „Silicon Carbide: Recent Major Advances”, Springer Verlag, Berlin (2004), ISBN 3-540-40458-9
- [Cho90] W. J. Choyke in „The Physics and Chemistry of Carbides, Nitrides and Borides,” R. Freer (Herausgeber), NATO ASI Series E: Applied Sciences Vol. 185, 1, Kluwer, Dordrecht, 1990
- [Cho92] C. T. Chou, A. R. Preston und J. W. Steeds „Dislocation Contrast on Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction Patterns”, *Phil. Mag.* A65(4), 863 (1992)
- [Cho97] W. J. Choyke, H. Matsunami und G. Pensl (Herausgeber), „Silicon Carbide: A Review of Fundamental Questions and Applications to Current Device Technology”, Akademie Verlag, Berlin (1997), ISBN 3-527-40127-X
- [Chu96] A. Chuvilin und T. E. Chesnokova „HRTEM on carbon nanostructures”, XVI RKEM Chernogolovka, 34 (1996)
- [Chu04] A. Chuvilin, Th. Kups und U. Kaiser „The effect of the signal-to-noise ratio in CBED patterns on the accuracy of lattice parameter determination“, *J. Electron Microscopy* 53 (3), 237 (2004)
- [Chu05] A. Chuvilin und U. Kaiser, „On the peculiarities of CBED pattern formation revealed by multislice simulation”, *Ultramicroscopy* 104 (1), 73 (2005)
- [Cle63] E. Clementi und D. L. Raimondi, „Atomic Screening Constants from SCF Functions“, *J. Chem. Phys.* 38, 2686 (1963)
- [Clé04] L. Clément, R. Pantel, J. L. Rouvière, und L. F. Tz. Kwakman, „Strain measurements by convergent beam electron diffraction: the importance of stress relaxation in lamella preparations“, *Appl. Phys. Lett.* 85, 651 (2004)
- [Coo65] J. W. Cooley und J. W. Tukey, „An algorithm for the machine calculation of complex Fourier series“, *Math. Comput.* 19, 297–301 (1965).
- [Cow57] J. M. Cowley und A. F. Moodie, „The Scattering of Electrons by Atoms and Crystals”, *Acta Cryst.* A10, 609 (1957)

- [Cow64] J. M. Cowley, „The Derivation of Structural Information from Absorption Effects in X-ray Diffraction“, Acta Cryst. A17, 339 (1964).
- [Dei94] C. Deininger, G. Necker und J. Mayer, „Determination of Structure Factors, Lattice Strains and Acceleration Voltage by Energy-Filtered Convergent Beam Electron Diffraction“, Ultramicroscopy 54, 15 (1994)
- [Dmi99] V. A. Dmitriev, „Status of SiC technology: Bulk and epitaxial growth“, High-Temperature electronics in Europe Nr. 2, 5 (1999)
- [Doy68] P. A. Doyle und P. S. Turner, „Relativistic Hartree-Fock X-Ray and Electron scattering factors“, Acta Cryst. A24, 390 (1968)
- [Fis01] A. Fissel, U. Kaiser, B. Schröter, W. Richter und F. Bechstedt, „MBE growth and properties of SiC multi-quantum well structures“, Appl. Surf. Sci. 184, 38 (2001)
- [Fro04] G. Frommeyer, R. Fischer, J. Deges, R. Rablbauer und A. Schneider, „APFIM investigations on site occupancies of the ternary alloying elements Cr, Fe and Re in NiAl“, Ultramicroscopy 101 (2-4), 139 (2004)
- [Gär01] K. Gärtner und B. Weber, „Simulation of ion beam induced crystallization and amorphization in (001) silicon“, Nucl. Instr. Meth. B 180, 274 (2001)
- [Gao03] Y. Gao, S. I. Soloviev und T. S. Sudarshan, „Investigation of boron diffusion in 6H-SiC“, Appl. Phys. Lett, 83(5), 905 (2003)
- [Gjø71] J. Gjønnes und R. Hoyer, „Structure Information from Anomalous Absorption Effects in Diffuse Scattering of Electrons“, Acta Cryst. A 27, 166 (1971).
- [Goo74] P. Goodman und A. F. Moodie, „Numerical evaluations of N -beam wave functions in electron scattering by the multi-slice method“, Acta Cryst. A30, 280 (1974)
- [Gue99] C. Guedj und J. Kolodzey: „Substitutional Ge in 3C-SiC“, Appl. Phys. Lett. Vol. 74, 691 (1999)
- [Han99] E. M. Handy, M. V. Rao, K. A. Jones, M. A. Derenge, P. H. Chi, R. D. Vispute, T. Venkatesan, N. A. Papanicolaou und J. Mittereder, „Effectiveness of AlN encapsulant in annealing ion-implanted SiC“, J. Appl. Phys. 86 (2), 746 (1999)
- [Har95] G. L. Harris (Herausgeber), „Properties of SiC“, EMIS Datareviews Series 13, The Institute of Electrical Engineers, London (1995)
- [Hat98] T. Hatayama, T. Fuyuki und H. Matsunami, „Gas source molecular beam epitaxial growth of 3C-SiC on Si with heterointerface modification by a Si-C-Ge ternary system“, Mater. Sci. Forum 264-268, 235 (1998)
- [Hee00] V. Heera, H. Reuther, J. Stoemenos und B. Pecz, „Phase formation due to high dose aluminum implantation into silicon carbide“, J. Appl. Phys. 87(1), 78 (2000)
- [Hir77] P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley und M. J. Whelan, „Electron Microscopy of Thin Crystals“, 2nd ed., Florida: Krieger/London, 1977

- [Hou62] P. V. C. Hough, „A method and means for recognizing complex patterns”, US Patent 3.069.654 (1962)
- [Jan00] M. S. Janson, M. K. Linnarsson, A. Hallen, B.G. Svensson, N. Nordall und H. Bleichner, „Transient enhanced diffusion of implanted boron in 4H-silicon carbide“, Appl. Phys. Lett. 76(11), 1434 (2000)
- [Jan03] M. S. Janson, M. K. Linnarsson, A. Hallen und B.G. Svensson; „Ion implantation range distribution in silicon carbide“, J. Appl. Phys. 93 (11), 8903 (2003)
- [Jia99] N. Jiang, T. S. Rong, I. P. Jones und M. Aindow, „On the Effect of Antiphase Domain Boundaries on ALCHEMI“, phys. stat. sol. (b) 214, 237 (1999)
- [Jin01] J. Jinschek „Untersuchung von Aluminiumnitrid-Schichten auf Silizium Substraten mittels Transmissionselektronenmikroskopie“, Dissertation Friedrich-Schiller Universität Jena, 2001
- [Kai98] U. Kaiser, P. D. Brown, A. Chuvilin, I. Khodos, A. Fissel, W. Richter, A. Preston, C. J. Humphreys, „Observation of 3-fold periodicity in 3C-SiC layers grown by MBE“, Mater. Sci. Forum 264-268, 259 (1998)
- [Kai99] U. Kaiser, K. Saitoh, K. Tsuda und M. Tanaka, „Application of the CBED method for the determination of lattice parameters of cubic SiC films on 6H SiC substrates“, J. Electr. Microscopy 48(3), 221 (1999)
- [Kai00] U. Kaiser, „Lattice parameter determination by CBED“, 1st German-Japanese School for Convergent Beam Electron Diffraction 2000, Jena, Germany
- [Kai01] U. Kaiser „Nanocrystal formation in hexagonal SiC after Ge⁺ ion implantation“, J. Electr. Microscopy, 50(3), 251 (2001)
- [Kai02] U. Kaiser, „Characterisation of thin SiC films and Low-Dimensional Structures in SiC using Advanced Transmission Electron Microscopy“, Habilitation Friedrich-Schiller Universität Jena, 2002
- [Kak02] A. Kakanakova-Georgieva, R. Yakimova, M. K. Linnarsson und E. Janzén, „Site-occupying behavior of boron in compensated p-type 4H-SiC grown by sublimation epitaxy“, J. Appl. Phys. 91(5), 3471 (2002)
- [Kat99] G. Katulka, C. Guedj, J. Kolodzey, R. G. Wilson, C. Swann, M. W. Tsao und J. Rabolt, „Electrical and optical properties of Ge-implanted 4H-SiC“, Appl. Phys. Lett. 74(4), 540 (1999)
- [Kim92] H. J. Kim, D. W. Shin, „Growth of 6H-SiC single crystals by the modified sublimation method“, Springer Proc. Phys. 56, 23 (1992)
- [Kim97] T. Kimoto, N. Inoue und H. Matsunami, „Nitrogen Ion Implantation into α -SiC Epitaxial Layers“, Phys. Stat. sol (a) 162-1, 263 (1997)
- [Kir98] J. E. Kirkland, „Advanced Computing in Electron Microscopy“, Verlag Kluwer Academic / Plenum Publishers (1998), ISBN-Nr.: 0-306-45936-1

- [Koc96] E. Koch und W. Fischer, „DIDO95 and VOID95 - programs for the calculation of Dirichlet domains and coordination polyhedra”, *Zeitschrift für Kristallographie* 211, 251 (1996)
- [Krä99] S. Krämer und J. Mayer, „Using the Hough transform for HOLZ line identification in convergent beam electron diffraction”, *J. Microscopy* 194, 2 (1999)
- [Krä00] S. Krämer, J. Mayer, C. Witt, A. Weickenmeier und M. Ruhle, „Analysis of local strain in aluminum interconnects by energy filtered CBED“, *Ultramicroscopy* 70(3-4), 245 (2000)
- [Krä01] S. Krämer, „Messung lokaler Gitterdehnungen in Aluminium-Leiterbahnen mit Hilfe konvergenter Elektronenbeugung”, Dissertation Universität Stuttgart (2001)
- [Kuo82] C. L. Kuo, J. Zhou, H. Q. Ye und K. H. Kuo, „Two New SiC Polytypes Belonging to the $[(44)_n43]_3$ Structure Family“, *J. Appl. Cryst.* 15, 199 (1982)
- [Lar94] J. Larkin, P. G. Neudeck, J. A. Powell und L. G. Matus, „Site-competition epitaxy for superior silicon carbide electronics“, *Appl. Phys. Lett.* 65 (13), 1659 (1994)
- [Lar97] D. J. Larkin, „SiC Dopant Incorporation Control Using Site-Competition CVD“, *Phys. Status Solidi B* 202, 305 (1997).
- [Mat05] A. Mattausch, „Ab initio-Theory of Point Defects and Defect Complexes in SiC“, Dissertation Friedrich-Alexander Universität Erlangen-Nürnberg (2005)
- [Mal96] A. A. Maltsev, D. P. Litvin, M. P. Scheglov, I. P. Nikitina, „High- resistivity epitaxial films of 4H-SiC doped by scandium”, *Inst Phys. Conf. Ser.* 142, 137 (1996)
- [Mor03] J. P. Morniroli, M. L. No, P. P. Rodriguez, J. San Juan, E. Jezierska, N. Michel, S. Poulat und L. Priester, „CBED and LACBED: characterization of antiphase boundaries“, *Ultramicroscopy* 98(1), 9 (2003)
- [Mül00] S. G. Müller, R.C. Glass, H. M. Hobgood, V. F. Tsvetkov, M. Brady, D. Henshall, J. R. Jenny, D. Malta, C. H. Carter jr., „The status of SiC bulk growth from an industrial point of view”, *J. Cryst. Growth* 211 (1-4), 325 (2000)
- [Mün82] W. von Münch (Herausgeber), „Silicon Carbide” in Landolt-Boernstein: „Numerical Data and Functional Relationship in Science and Technology“, Springer-Verlag, Berlin (1982), ISBN 3-540-12209-5
- [Neg04] Y. Negoro, T. Kimoto, H. Matsunami, F. Schmid und G. Pensl, „Electrical activation of high-concentration aluminum implanted in 4H-SiC“, *J. Appl. Phys.* 96(9), 4916 (2004)
- [Neu98] P. G. Neudeck, „SiC-Technology“, NASA Lewis Research Center & Plenum Press, Cleveland and New York (1998)
- [Pen98] G. Pensl, H. Morkoc, B. Monemar und E. Janzen, „Silicon Carbide, III-Nitrides and Related Materials”, *Mat .Sci. Forum* 264-268, Trans Tech Publications, London (1998)

- [Pez01] J. Pezoldt, B. Schröter, V. Cimalla, T. Stauden, R. Goldhahn, H. Romanus und L. Spieß, „Carbonization induced change of polarity for MBE grown 3C-SiC/Si(111)“, Mater. Sci. Forum 353-356, 179 (2001)
- [Pri99] C. Prietzel, „Messungen und Simulationsrechnungen der orientierungsabhängigen Röntgenemission an einem einkristallinen San Carlos Olivin“, Diplomarbeit Westfälische Wilhelms-Universität Münster 1999
- [Rad96] G. Radnoczi und A. Barna, „TEM sample preparation – Advanced Methods“, Surf. Coat. Technol. 80, 89 (1996)
- [Ram51] L. S. Ramsdell und J. A. Kohn, „Disagreement between crystal symmetry and x-ray diffraction data as shown by new type of silicon carbide 10H“, Acta Cryst. 4, 111 (1951)
- [Rao95] M. V. Rao, P. Griffith, O. W. Holland, G. Kelner, J. A. Freitas Jr., D. S. Simons, P. H. Chi und M. Ghezzi, „Al and B ion-implantations in 6H- and 3C-SiC“, J. Appl. Phys. 77 (6), 2479 (1995)
- [Rei93] L. Reimer, „Transmission Electron Microscopy“, Springer Verlag (1993), ISBN-Nummer: 354058479X
- [Ren98] S. Rendakova, V. Ivantsov, V. Dimitriev, „High quality 6H- and 4H-SiC pn structures with stable electric breakdown grown by liquid phase epitaxy“, Mater. Sci. Forum 264-268, 163 (1998)
- [Rom04] H. Romanus, „Siliziumkarbidelektronik – technologische und werkstoffwissenschaftliche Untersuchungen zur Metallisierung / Kontaktierung“, Dissertation Technische Universität Ilmenau, 2004
- [Ros99] C. J. Rossouw und P. R. Miller, „Analysis of incoherent channelling patterns formed by x-ray emission from host lattice species and interstitial Cr in mullite“, J. Electron Microscopy. 48(6), 849 (1999)
- [Ros01] C. Rossouw und K. Venkatesan, „HOLZ line analysis of lattice parameters in magnesium alloys“, J. Electron Microscopy 50(5), 391 (2001)
- [Roz93] S. J. Rozeveld und J. M. Howe, „Determination of multiple lattice parameters from convergent-beam electron diffraction patterns“, Ultramicroscopy 50(1), 41 (1993)
- [Rur03] R. Rurali, G. Godignon, J. Rebollo, E. Hernández und P. Ordejón, „First-Principles study of n-type dopants and their clustering in SiC“, Appl. Phys. Lett. 82 (24), 4298 (2003)
- [Sah05] P. K. Sahoo, S. Gasiorek, K. P. Lieb, K. Arstila und J. Keinonen, „Achieving epitaxy and intense luminescence in Ge/Rb-implanted α -quartz“, Appl. Phys. Lett 87 (2), 021105 (2005)
- [Sak00] N. S. Saks, A. K. Agarwal, S. S. Mani und V. S. Hegde, „Low-dose nitrogen implants in 6H-silicon carbide“, Appl. Phys. Lett. 76(14) (2000), 1896

- [Sak01] N. S. Saks, A. K. Agarwal, S-H. Ryu und J. W. Palmour, „Low-dose aluminum and boron implants in 4H and 6H silicon carbide“, J. Appl. Phys. 90 (6), (2001) 2796
- [San98] S. Santavirta, M. Takagi, L. Nordsletten, A. Anttila, R. Lappalainen und Y. T. Kontinen, „Biocompatibility of silicon carbide in colony formation test in vitro - A promising new ceramic THR implant coating material“, Arch. Orthop. Trauma Surg. 118, 89 (1998)
- [Sat01] M. Satoh, Y. Nakaike und K. Kuriyama, „Preferential ion scattering from 6H-SiC: Identification of the substitutional site of the implanted Ga impurities“, J. Appl. Phys. 89 (1), 61 (2001)
- [Sch00] D. Schulz, K. Irmscher, J. Dolle, W. Eisenbeck, T. Müller, H.-J. Rost, D. Siche, G. Wagner und J. Wollweber, „Study of Nitrogen Incorporation in 6H-SiC Single Crystals grown by PVT“, Mat .Sci. Forum 338-342, 87 (2000)
- [Sch02a] F. Schmid, M. Laube und G. Pensl, „Electrical activation of implanted phosphorus ions in [0001]- and [11-20]-oriented 4H-SiC“, J. Appl. Phys. 91-11 (2002) 9182
- [Sch02b] Ch. Schubert, U. Kaiser, A. Hedler, W. Wesch, T. Gorelik, U. Glatzel, J. Kräusslich, B. Wunderlich, G. Heß und K. Goetz, „Nanocrystal formation in SiC by Ge ion implantation and subsequent thermal annealing“, J. Appl. Phys., 91, 1520 (2002)
- [Ses98] S. Seshadri, G. W. Eldridge und A. K. Agarwal, „Comparison of the annealing behavior of high-dose nitrogen-, aluminum-, and boron-implanted 4H-SiC“, Appl. Phys. Lett., 72 (16), 2026
- [She96] S. T. Sheppard, M. R. Melloch und J. A. Cooper, „Experimental demonstration of a buried-channel charge-coupled device in 6H silicon carbide“, IEEE Electron Device Lett. 17(1), 4 (1996)
- [Smi99] S. R. Smith, A. O. Evwaraye, W. C. Mitchel und M. A. Capano, „Shallow Acceptor Levels in 4H- and 6H-SiC“, Journal of Electronic Materials 28(3), 1999 (1999)
- [Spe81] J. Spence, „Experimental high resolution electron microscopy“, Oxford University Press, 1981, ISBN 0-19-505405
- [Spe83] J. C. H. Spence und J. Taftø, „ALCHEMI: a new Technique for Locating Atoms in Small Crystals“, Jour. Of Micr. 130, 147 (1983)
- [Spe92] J. C. H. Spence und J. M. Zou, „Electron Microdiffraction“, Plenum Press New York 1992, ISBN 0-306-44262-0
- [Spi02] E. Spiecker, „Determination of crystal polarity from bend contours in transmission electron microscopy“, Ultramicroscopy 92,111 (2002)
- [Spi05] L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken und G. Teichert, „Moderne Röntgenbeugung“, Teubner Verlag (2005), ISBN: 3-519-00522-0
- [Sta87] P. A. Stadelmann, „EMS-A Software Package for Electron Diffraction Analysis and HREM Image Simulation in Material Science“, Ultramicroscopy 21, 131 (1987)

- [Str02] T. L. Straubinger, M. Bickermann, R. Weingärtner, P. J. Wellmann und A. Winnacker, „Aluminum p-type doping of silicon carbide crystals using a modified physical vapor transport growth method“, J. Cryst. Growth 240, 117 (2002)
- [Sue04] H. Suematsu, J. Lindén, M. Nagase, Y. Tomokiyo, M. Karppinen und H. Yamauchia, „Space group determination of the $\text{BaY}(\text{Cu}_{0.5}\text{Fe}_{0.5})_2\text{O}_{5+\delta}$ phase using a convergent-beam electron-diffraction technique“, J. Sol. Stat. Chem. 177, 1958 (2004)
- [Syv99] M. Syvajarvi, R. Yakimova, A. Henry und E. Janzen, „Polytype inclusion and triangular stacking faults in 4H-SiC layers grown by sublimation epitaxy“, Physica Scripta T79, 64 (1999)
- [Taf82a] J. Taftø, „The Cation-Atom Distribution in a $(\text{Cr,Fe,Al,Mg})_3\text{O}_4$ Spinel as Revealed From the Channeling Effect in Electron-Induced Xray Emission“, J. Appl. Cryst. 15, 378 (1982).
- [Taf82b] J. Taftø und Z. Liniental, „Studies of the Cation Atom Distribution in $\text{ZnCr}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ Spinel using the Channeling Effect in Electron-Induced X-ray Emission“, J. Appl. Cryst. 15, 260 (1982).
- [Taf82c] J. Taftø und J. C. H. Spence, „Crystal Site Location of Iron and Trace Elements in a Magnesium-Iron Olivine by a New Crystallographic Technique“, Science 218, 49 (1982).
- [Tan83] M. Tanaka, H. Sekii und T. Nagasawa, „Space-group determination by dynamic extinction in convergent-beam electron diffraction“, Acta Cryst. A39, 825 (1983)
- [Tan88] M. Tanaka, M. Terauchi und T. Kaneyama, „Convergent Beam Electron Diffraction II“, JEOL-Maruzen, Tokyo 1988
- [Tan89] M. Tanaka, „Symmetry analysis“, J. Electron Microsc. Tech. 13(1), 27 (1989)
- [Ter89] J. Tersoff, „Modelling solid state chemistry: Interatomic potentials for multicomponent systems“, Physical Review B 39, 5566 (1989)
- [Ter03] M. Terauchi, K. Tsuda und K. Kawamura, „Detection of characteristic signals from As-doped (<1 at.%) regions of silicon by transmission electron microscopy and convergent-beam electron diffraction“, J Electr. Microsc 52, 441 (2003)
- [Tsu95] K. Tsuda und M. Tanaka, „Refinement of crystal structure parameters using convergent-beam electron diffraction: the low-temperature phase of SrTiO_3 “, Acta Cryst. A51, 7 (1995)
- [Tsu99] K. Tsuda und M. Tanaka, „Refinement of crystal structural parameters using two-dimensional energy-filtered CBED patterns“, Acta Cryst. A55, 939 (1999)
- [Tsu02] K. Tsuda, Y. Ogata, K. Takagi, T. Hashimoto und M. Tanaka, „Refinement of crystal structural parameters and charge density using convergent-beam electron diffraction - the rhombohedral phase of LaCrO_3 “, Acta Cryst. A58, 514 (2002)

- [Uye65] R. Uyeda, M. Nonoyama und M. Kogiso, „Determination of the wavelength of electrons from Kikuchi patterns“, J. Electron Microsc. 14, 296 (1965)
- [Ver67] L. Verlet, „Computer Experiments" on Classical Fluids. I. Thermo-dynamical Properties of Lennard-Jones Molecules“, Phys. Rev. 159, 98 (1967)
- [Vod92] Y. A. Vodakov, E. N. Mokhov, M. G. Ramm und A. D. Roenkov, „Amorphous and Crystalline Silicon Carbide III“, Springer Proc. Phys. Vol. 56, edited by G. L. Harris, M. G. Spencer, C. Y. Yang Springer, Berlin, 329 (1992)
- [Wag01] G. Wagner, B. Sroka und D. Bimberg, „Structural and Electrical Properties of Unintentionally Doped 4H-SiC Epitaxial Layers Grown by Hot-Wall CVD“, J. Electron. Mat. 30(3), 207 (2001)
- [Wag02] G. Wagner, W. Leitenberger, K. Irmscher, F. Schmidt, M. Laube und G. Pensl, „Aluminum Incorporation into 4H-SiC Layers during Epitaxial Growth in a Hot-Wall CVD System“, Mat. Sci. Forum Vol. 389-393, 207 (2002)
- [Wak97] Y. Wakayama, Y. Takahashi und S. Tanaka, „Convergent Beam Electron Diffraction Measurement for Local Strain Distribution in Si around a NiSi₂ Island“, Jpn. J. Appl. Phys. 36, 5072 (1997)
- [Wec77] E. H. P. Wecht, „Feuerfest-Siliciumcarbid“, Springer Verlag Berlin (1977), ISBN-Nr: 3-211-81396-9
- [Wei00] H.-C. Weissker, J. Furthmüller und F. Bechstedt, „Prediction of optical properties of Si and Ge dots in SiC“, Mat. Sci, Vol.353-356, 413-416 (2000)
- [Wei05] P. Weih, Th. Stauden, G. Ecke, S. Shokhovets, Ch. Zgheib, M. Voelskow, W. Skorupa, O. Ambacher und J. Pezoldt, „Ion beam synthesis of 3C-(Si_{1-x}C_{1-y})Ge_{x+y} solid solutions“, phys. stat. sol. (a) 202, No. 4, 545 (2005)
- [Whi63] E. D. Whitney, „Polymorphism in Silicon Carbide“, Nature 199, 278 (1963)
- [Wil96] D. B. Williams und C. B. Carter, „Transmission Electron Microscopy“, Verlag Kluwer Academic / Plenum Publishers (1996), ISBN-Nr. 0-306-45247-2
- [Wit98] R. Wittman, C. Parzinger und D. Gerthsen, „Quantitative determination of lattice parameters from CBED patterns: accuracy and performance“, Ultramicroscopy 50(3), 41 (1998)
- [Yan99] X. Y. Yang, G. Y. Shi, X. M. Meng, H. L. Huang und Y. K. Wu, „Identification of a new trace 114R-SiC by HREM“, Acta Cryst. B55(2), 2355 (1999)
- [Yon00] M. Yonemura, K. Sueoka und K. Kamei, „Effect of heavy boron doping on the lattice strain around platelet oxide precipitates in Czochralski silicon wafers“, J. Appl. Phys 88(1), 503 (2000)
- [Zha02] W. Zhao, „Silizium Oberwellenmischer für den Mikrowellenbereich“, Dissertation Universität Stuttgart, 2002

- [Zho93] F. Zhou, „Investigation of CBED diagrams of ideal crystals: technique and computer simulations at 100-600 keV”, Dissertation Eberhard Karls-Universität Tübingen 1993
- [Zou91] J. M. Zuo, „Automated lattice parameter measurement from HOLZ lines and their use for the measurement of oxygen content in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ from nanometer-sized regions“, *Ultramicroscopy* 41, 221 (1991)
- [Zou98] J. M. Zuo, M. Kim und R. Holmestad, „A new approach to lattice parameter measurements using dynamic electron diffraction and pattern matching“, *J. Electr. Microscopy* 47(2), 121 (1998)
- [Zsc89] G. Zschornack, „Atomdaten für die Röntgenspektralanalyse“, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig, 1989, ISBN 3-342-00308-1

8. Anhang

8.1. Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Im Folgenden ist eine Liste häufig wiederkehrenden Symbole und Abkürzungen angegeben:

a, a_0	Gitterkonstante in a-Richtung
$\Delta a/a$	Relative Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung
α	Gitterverbiegungswert
ALCHEMI	Atomic Location by Channeling Enhanced Microanalysis
c, c_0	Gitterkonstante in c-Richtung
CBED	Convergent Beam Electron Diffraction
CVD	Chemical Vapor Deposition, Chemische Gasphasenabscheidung
EDX	Energiedispersive Röntgenstrahlung
FOLZ	First Order Laue Zone
\vec{g}	reziproker Gittervektor
$hkl, hkil$	Millersche Indizes, Miller-Bravais Indizes
HRTEM	High Resolution TEM
HOLZ	Higher Order Laue Zone
\vec{k}, \vec{k}_0	Wellenzahlvektor
$\vec{k} + \vec{g}$	Wellenzahlvektor eines gebeugten Strahls
MD	Molekulardynamik
ΔP	geometrische Genauigkeit der Punktdetektion
θ	Winkel zwischen der Zonenachse $[uvw]$ und der HOLZ-Linie
$\Delta\theta$	Linienverschiebung
\vec{r}	Translationsvektor des Kristallgitters
R_0, R_1, R_2	Verhältnisse der unaufgespaltenen bzw. aufgespalteten HOLZ-Linie
$\Delta R'$	Verhältnisänderung aufgrund der Verschiebung der HOLZ-Linien
ΔR	Geometrische Genauigkeit der Verhältnisbildung
SNR	Signal-Rausch-Verhältnis
SOLZ	Second Order Laue Zone
TEM	Transmissionselektronenmikroskop(ie)
TOLZ	Third Order Laue Zone
ZOLZ	Zeroth Order Laue Zone

8.2. Liste der eigenen Veröffentlichungen

- Th. Kups und U. Kaiser „On the site occupancy of Erbium implanted 4H-SiC“
(Poster und referiertes Abstrakt für Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 2001, Innsbruck, Österreich)
- U. Kaiser, Th. Kups, A. Fissel und W. Richter, „Structure of SiC-Quantum Wells Studies by TEM and CBED“, Crystal Res. and Techn. 37, 446 (2002)
- A. Chuvilin, Th. Kups und U. Kaiser, „The effect of the signal to noise ratio in CBED patterns on the accuracy of lattice parameter determination“ (2002)
(Poster und referiertes Abstrakt für 15th International Conference of Electron Microscopy, Durban, Südafrika 2002)
- Th. Kups und U. Kaiser (2003) „On the site occupancy of dopants in 4H-SiC“, Microsc. Microanal. 9 (Supplement 3 - Proceedings of Microscopy Conference MC 2003) (2003) 82
(Poster und referiertes Abstrakt für Microscopy Conference 2003 Dresden)
- A. Chuvilin, Th. Kups und U. Kaiser, „Lattice parameter measurement by CBED: Accuracy limited by the noise“ Microsc. Microanal. 9 (Supplement 3 - Proceedings of Microscopy Conference MC 2003) 356 (2003)
(Poster und referiertes Abstrakt für Microscopy Conference 2003 Dresden)
- U. Kaiser, J. Biskupek, Th. Kups und A. Chuvilin, „Combining Microscopy and Simulations to Understand properties of low dimensional structures in SiC“ Zeitschrift für Kristallographie, Supplement 21, 43 (2004)
(Poster und referiertes Abstrakt für Jahrestagung der DGE & DGK 2004 in Jena)
- Th. Kups und U. Kaiser „On the site occupancy of dopants in 4H-SiC“, Zeitschrift für Kristallographie, Supplement 21, 44 (2004)
(Poster und referiertes Abstrakt für Jahrestagung der DGE & DGK 2004 in Jena)
- Th. Kups und U. Kaiser (2004) „Site occupancy determination of Al doped 4H-SiC by AL-CHEMI and CBED“ Schriftenreihe Werkstoffwissenschaften 18, 199, (2004), ISBN 3-89574-519-7
(Poster und referiertes Abstrakt für den Thüringer Werkstofftag 2004, Ilmenau)
- A. Hedler, S. Urban, Th. Kups, U. Kaiser und W. Wesch, „Laser irradiation of ion beam synthesized Ge nanocrystals in SiC“, Nucl. Instr. Methods Phys. Res. B 218, 337 (2004)
- A. Chuvilin, Th. Kups und U. Kaiser, „The effect of the signal-to-noise ratio in CBED patterns on the accuracy of lattice parameter determination“ J. Electron Microscopy 53(3): 237 (2004)
- Th. Kups und U. Kaiser: „On the site occupancy of dopants in 4H-SiC“ Microscopy & Microanalysis 10 (2004) Supplement 2 (Proceedings of Microscopy Conference MC 2004)
(Poster und referiertes Abstrakt für die 13. Europäische Konferenz für Mikroskopie 2004 Antwerpen, Belgien)

Th. Kups, A. Chuvilin und U. Kaiser, „TEM Investigations of Lattice Site Occupancy of Phosphorous doped 4H-SiC”

(Vortrag und referiertes Abstrakt für Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 2005 Davos, Schweiz)

S. Selve, A. Knote, Th. Kups, H.G. Krüger, L. Spiess und H. Kern, „SEM/TEM Investigations of Nickel filled Ceramic Layers“, PSI proceedings MC2005, ISSN 1019-6445

(Poster und referiertes Abstrakt für Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 2005 Davos, Schweiz)

M. Gubisch, Th. Kups, H. Romanus und L. Spiess, „SEM/TEM Investigations of Tungsten/Tungsten-Carbide/Carbon and MoS₂ Multilayers/Nanocomposites“, PSI proceedings MC2005, ISSN 1019-6445

(Poster und referiertes Abstrakt für Dreiländertagung für Elektronenmikroskopie 2005 Davos, Schweiz)

Th. Kups, P. Weih, M. Voelskow, W. Skorupa und J. Pezoldt, „High Dose High Temperature Ion Implantation of Ge into 4H-SiC“ (2005)

(Vortrag und referiertes Abstrakt für International Conference on „Silicon Carbide and related Materials“ 2005 Pittsburgh, USA)

J. Pezoldt, Th. Kups, P. Weih, Th. Stauden und O. Ambacher, „Atomic Layer Epitaxy of (Si_{1-x}C_{1-y}) Ge_{x+y} Layers on 4H-SiC“ (2005)

(Vortrag und referiertes Abstrakt für International Conference on „Silicon Carbide and related Materials“ 2005 Pittsburgh, USA)

A. Knote, H.G. Krüger, S. Selve, Th. Kups, H. Kern und L. Spiess, „Metal-ceramic composite layers on stainless steel through the combination of electrophoretic deposition and galvanic processes“, Journal of Materials Science 2006, submitted

Th. Kups, P. Weih, M. Voelskow, W. Skorupa und J. Pezoldt, „High Dose High Temperature Ion Implantation of Ge into 4H-SiC“ Mat. Sci. For. 2006

Th. Kups, A. Chuvilin und U.Kaiser, „Site occupancy determination with ALCHEMI of p- and n-doped 4H-SiC“, J. Electr. Microscopy 2006, in progress

Th. Kups, A. Chuvilin und U.Kaiser, „CBED investigation of doped 4H-SiC“, J. Electr. Microscopy 2006, in progress

8.4. Ehrenwörtliche Erklärung

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig, ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als den angegebenen Hilfsmitteln und der verzeichneten Literatur angefertigt habe. Die aus anderen Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quellen gekennzeichnet. Bei der Auswahl und Auswertung folgenden Materials haben die nachstehend aufgeführten Personen in der jeweils beschriebenen Weise unentgeltlich geholfen:

Dipl.-Phys. G. Pasold führte im Rahmen seiner Promotionsarbeit, die für die Ionenimplantation von Al und P nötigen TRIM-Simulationen durch. Die Ionenimplantationen wurden von G. Lenk als technischem Mitarbeiter des IFK durchgeführt.

Die hoch dotierten Ge ionenimplantierten 4H-SiC Proben wurden im Forschungszentrum Rossendorf von Dr. M. Voelskow hergestellt und mir von Dr. J. Pezoldt (ZMN, TU Ilmenau) zur Untersuchung zur Verfügung gestellt.

Die Al-Dotierungen mittels CVD wurden im Institut für Kristallzüchtung Berlin von Dr. G. Wagner durchgeführt und mir zur Verfügung gestellt.

Ein Teil der TEM-Probenpräparation wurde von den studentischen Hilfskräften S. Selve und Ch. Zaubitzer (IFK, FSU Jena) und E. Remdt (ZMN, TU Ilmenau) übernommen.

Dr. K. Gärtner stellte den Quellcode für sein Molekulardynamik-Programm zur Verfügung. Dr. J. Biskupek arbeitete die für die speziellen Problemstellungen nötigen größeren Erweiterungen und Anpassungen in das Programm ein.

Dr. A. Chuvilin stellte sein CBED-Multislice-Bildsimulationsprogramm und die Aufnahmen zu den Abb. 4-10 und Abb. 4-11 zur Verfügung und arbeitete auch die notwendigen Erweiterungen zur Lösung bestimmter Probleme in das Programm ein.

Weitere Personen waren an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater und andere Personen) in Anspruch genommen. Niemand

hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen. Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die geltende Promotionsordnung der Physikalisch-Astronomischen Fakultät der Friedrich-Schiller-Universität ist mir bekannt.

Ich versichere ehrenwörtlich, dass ich nach bestem Wissen und Gewissen die reine Wahrheit gesagt und nichts verschwiegen habe.

Ilmenau, den 01.02.2006

Thomas Kups

8.5. Danksagung

Abschließend möchte ich an dieser Stelle allen danken, die mit ihrer Hilfe und Unterstützung zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

An erster Stelle danke ich Frau Prof. U. Kaiser, die mich während meiner Arbeit als Doktorand betreute. Aufgrund ihres Einsatzes war es möglich, dass meine Beschäftigung und somit diese Arbeit im Rahmen eines Drittmittelprojekt überhaupt ermöglicht wurden und ich die nötigen TEM-Techniken erlernen konnte. Des Weiteren danke ich ihr für die unzähligen fachlichen Diskussionen und Hilfestellungen während der Bearbeitung des Themas.

Herrn Prof. W. Richter danke ich für die fachliche Betreuung als verantwortlicher Hochschullehrer.

Für die gute Zusammenarbeit auf dem Gebiet der CBED-Bildberechnung und die vielen Tipps zur Mikroskopie danke ich Herrn Dr. A. Chuvilin. Er führte nach Absprache den Einbau von Erweiterungen und Verbesserungen in die Programme *Musli* und *Hough* durch.

Herrn Dr. J. Biskupek danke ich für die Unterstützung in Zusammenhang mit dem MD-Programm und den vielen Diskussionen zu diesem Thema.

Den Mitgliedern der Arbeitsgruppe „Dünne Schichten“ des Instituts für Festkörperphysik der FSU Jena und des Fachbereichs „Werkstoffe der Elektrotechnik“ des „Zentrums für Mikro- und Nanotechnologien“ der TU Ilmenau gilt mein Dank für technische und moralische Unterstützung.

Für die Ionenimplantationen von Al und P in SiC danke ich Dipl.-Phys. G. Pasold und G. Lenk und für die Ge Implantation Dr. M. Voelskow vom Forschungsinstitut Rossendorf und Dr. J. Pezoldt (ZMN, TU Ilmenau) für die Bereitstellung der Proben.

Für die Al Dotierung während des CVD 4H-SiC-Wachstums sei Dr. G. Wagner vom IKZ Berlin gedankt.

Den studentischen Hilfskräften Ch. Zaubitzer und S. Selve (IFK, FSU Jena) und E. Remdt (ZMN, TU Ilmenau) danke ich für ihre Mitarbeit und Unterstützung bei der schwierigen TEM-Probenpräparation.

Prof. Dr.W. J. Choyke danke ich für die Bereitstellung seiner SiC-Substrate.

Für die technische und wissenschaftliche Betreuung während der Arbeit mit dem TEM TECNAI 20 S-TWIN sei abschließend Dr. H. Romanus gedankt.

Zuletzt aber nicht minder gedankt sei meiner Familie, meinen Freunden und meiner Freundin für die moralische Unterstützung während der gesamten Zeit dieser Arbeit. Nur durch ihr Verständnis für meine Arbeit war sie in dieser Art und Weise möglich.